

Министерство здравоохранения России  
ГБОУ ВПО Уральский государственный медицинский университет  
Кафедра фармации

***МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ И РЕКОМЕНДАЦИИ  
ПО ПРИГОТОВЛЕНИЮ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ***

*(для практических занятий у студентов 3, 4 и 5 курсов)*

Екатеринбург

2014

УДК 615.011:615.074

Методические указания и рекомендации по приготовлению титрованных растворов (для практических занятий у студентов 3, 4 и 5 курсов) – Екатеринбург: УГМУ, 2014. – с.

ISBN

Методические указания и рекомендации предназначены для подготовки к практическим занятиям по фармацевтической химии студентов 3, 4 и 5 курсов фармацевтического факультета.

Составители: проф. Петров А.Ю., доцент Мельникова О.А., доцент Мельников М.Ю., ст.преподаватель Кинев М.Ю., Киршина О.В.

Ответственный редактор проф. Петров А.Ю.

Рецензенты:

Доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой аналитической химии ХТИ УрФУ Матерн А.И.

Доктор фармацевтических наук, профессор заведующий кафедрой неорганической химии Пятигорского МФИ филиала ГБОУ ВПО ВолГМУ Минздрава России В.А.Компанцев

Издание рекомендовано к печати решением Ученого совета фармацевтического факультета, протокол №\_\_\_ от «\_\_\_» апреля 2014 г. и решением МКС специальности Фармация протокол №\_\_\_ от «\_\_\_»\_\_\_\_\_2014 г.

ISBN

© УГМУ, 2014

## Содержание

1.Методические указания для студентов.....	
2.Теоретический материал.....	
2.1.Титриметрический анализ. Титрованные растворы. Первичные и вторичные стандартные растворы.....	
2.2.Основные понятия и термины, используемые в титриметрическом анализе.....	
2.3.Общие правила при приготовлении титрованных растворов.....	
2.4.Способы приготовления титрованных растворов.....	
2.5.Способы вычисления молярности (концентрации) титрованных растворов.....	
2.6.Коэффициент поправки (понятие, расчет). Укрепление и разбавление титрованных растворов.....	
2.7.Поправки на температуру при пользовании титрованными растворами.....	
2.8.Химическая мерная посуда, используемая для приготовления титрованных растворов (мойка, сушка, проверка, калибровка и правила работы с химической посудой).....	
2.9.Подготовка исходных веществ, применяемых для установки титров растворов.....	
2.10.Примеры расчетов при приготовлении титрованных растворов по ГФ.....	
2.11.Приготовление титрованных растворов и установка их титров.....	
3.Лабораторная работа.....	
Список использованных источников.....	

Приложение 1. Тестовые задания для студентов по теме “Титрованные растворы” .....	
Приложение 2. Методики приготовления титрованных растворов (ГФ XI, вып.2, стр.61-81).....	
Приложение 3. Методики приготовления титрованных растворов (ГФ XII, ОФС 42-0071-07, с.425-443).....	
Приложение 4. Методики приготовления индикаторов (ГФ XI, вып.2, стр.).....	

## 1.Методические указания для студентов

Одним из этапов фармацевтического анализа лекарственных веществ является количественное определение. Наиболее распространенными в фармацевтическом анализе методами, являются титриметрические (объемные) методы, отличающиеся достаточно высокой точностью. В титриметрии используют титрованные растворы (титранты), имеющие точно известную концентрацию. Принято выражать концентрацию этих растворов в молярности. В ГФ XI, вып. 2, с. 61-81, описаны способы приготовления и установка титра титрованных растворов.

### 1.1.Самоподготовка к занятию.

#### 1.1.1.В процессе самоподготовки необходимо изучить:

- значение этой темы для изучения фармацевтической химии и практической деятельности;
- какие растворы называют титрованными;
- в какой концентрации готовят титрованные растворы и почему;
- в каких случаях допускается обозначение единицы измерения «моль/л» и «моль/л УЧ»;
- способы приготовления титрованных растворов (с соответствующими примерами);
- какие вещества используют для стандартизации титрованных растворов и какие требования к ним предъявляют;
- способы расчета концентрации титрованных растворов;
- определение и расчет поправочного коэффициента, пределы его значений;
- правило разбавления и укрепления титрованных растворов.

#### 1.1.2.План самоподготовки:

Для овладения указанными знаниями студент должен изучить:

- материал лекций по теме занятия;
- теоретический материал данной методички;

- разделы рекомендуемой литературы.

### **1.1.3.Рекомендуемая литература:**

#### **А) Обязательная:**

1.Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. В 2 ч.: Ч.1. Общая фармацевтическая химия; Ч.2. Специальная фармацевтическая химия: Учеб. для вузов. – Пятигорск, 2003.

2.Лабораторные работы по фармацевтической химии: Учебное пособие/Беликов В.Г., Вергейчик Е.Н., Компанцева Е.В., Куль И.Я., Лукьянчикова Г.И., Саушкина А.С., Тираспольская С.Г./под ред. Е.Н. Вергейчика, Е.В. Компанцевой. – 2-е изд., перераб. и доп. – Пятигорск, 2003.

3.Государственная фармакопея СССР, 11-е изд. Вып. 1. Общие методы анализа.- М.: Медицина, 1987.

4.Государственная фармакопея РФ XII/”Издательство ”Научный центр экспертизы средств медицинского применения”, 2008.

#### **Б) Дополнительная:**

1.Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: Учебн. литерат. для студентов фармац. вузов и факультетов. / А.П. Арзамасцев, Э.Н. Аксенова, О.П. Андрианова и др. – М.: Медицина, 2001.

2.Арзамасцев А.П. Фармакопейный анализ. – М.: Медицина, 1971.

3.Руководство по приготовлению титрованных растворов. М.Химия,1968.

4.Саушкина А.С. Сборник задач по фармацевтической химии. – Пятигорск, 2003.

### **1.1.4.Контрольные вопросы:**

1. Приведите формулу, по которой устанавливают поправочный коэффициент титрованного раствора.

2. Укажите, что такое молярная концентрация.

3. Какая мерная посуда используется при приготовлении титрованных растворов?

4. Дайте определение понятию «титрованные растворы».

5. Назовите, в каких случаях следует устанавливать поправочный коэффициент приготовленного титрованного раствора. Приведите формулу.

6. Какую посуду следует использовать для приготовления 0,01 моль/л раствора нитрата серебра?

7. Приведите формулу расчета навески при укреплении титрованного раствора.

8. Приведите формулу расчета объема воды, необходимого для разбавления титрованного раствора.

9. Приведите формулу расчета поправочного коэффициента.

10. Приведите формулу расчета концентрации титрованных растворов.

## **1.2. Работа на занятии.**

**1.2.1. Объекты исследования:** смотрите лабораторную работу.

**1.2.2. Цель занятия:** научиться готовить титрованные растворы.

**1.2.2.1. В процессе занятия студент должен закрепить следующие знания:**

- способы выражения концентрации титрованных растворов;
- уравнения реакций, протекающих при установке титра;
- способы приготовления титрованных растворов;
- что понимают под стандартизацией титрованных растворов;
- способы расчета концентрации титрованных растворов;
- способы расчетов значений поправочного коэффициента;
- правило укрепления и разбавления титрованных растворов.

**1.2.2.2. В процессе занятия студент должен приобрести следующие практические умения:**

- готовить титрованные растворы:

А) по точной навеске соответствующего химически чистого вещества;

Б) из титрованных растворов известных концентраций;

В) из фиксаналов;

- рассчитывать поправочный коэффициент титрованных растворов;
- укреплять и разбавлять титрованные растворы до требуемой концентрации.

### **1.2.3.План занятия:**

- Проверка подготовленности к занятию:
  - по билетам входного контроля;
  - по тестовым заданиям (**приложение №1**);
  - методом опроса;
  - решением ситуационных задач.
- Коррекция исходного уровня знаний студентов и постановка задач.
- Распределение индивидуальных заданий.
- Самостоятельная работа и оформление протоколов.
- Итоговый контроль.

### **1.2.4.Самостоятельная работа студентов:**

**Задание 1.** Приготовить титрованный раствор в соответствии с заданиями лабораторной работы, установить его поправочный коэффициент, при необходимости – разбавить его или укрепить.

**Задание 2.** Оформить отчет.

### **1.2.5.Итоговый контроль:**

Оформленный студентом отчет проверяется преподавателем.

Студент проходит собеседование по контролю усвоения теоретических вопросов и овладению практическими умениями.



## 2. Теоретический материал

### 2.1. Титриметрический анализ. Титрованные растворы.

#### Первичные и вторичные стандартные растворы.

Титриметрический анализ применяется для количественного определения многих лекарственных веществ. Этот метод основан на точном измерении количества реактива, израсходованного на реакцию с определяемым веществом. Для целей титриметрического анализа используют титрованные растворы.

*Титрованные (стандартные, рабочие) растворы* – это растворы титрантов точно известной концентрации, выраженной молярностью, титром или титром по определяемому веществу, предназначенные для количественного определения лекарственных веществ титриметрическими методами.

Для измерения объема израсходованного раствора применяют *бюретки*. Титрованный раствор добавляют к раствору анализируемого вещества до тех пор, пока количество прибавленного реактива не станет соответствующим количеству реагирующего с ним определяемого компонента. Этот процесс называется *титрованием*.

Момент титрования, когда достигнуто эквивалентное соотношение реагирующих между собою веществ, называется *точкой эквивалентности (ТЭ)*. Эквивалентную точку чаще всего устанавливают или с помощью *индикаторов*, или с помощью *специальных приборов*. *Индикаторы* – вещества, обладающие способностью вблизи точки эквивалентности резко изменять окраску титруемого раствора. Момент, при котором происходит изменение окраски раствора, называется *точкой конца титрования*. Эта точка не всегда совпадает с точкой эквивалентности, поэтому рекомендуется выбирать такой индикатор, чтобы разность между точкой эквивалентности и точкой конца титрования была наименьшей. Эта разность называется *ошибкой титрования*.

Концентрация любого раствора определяется количеством вещества, растворенного в определенном количестве растворителя или содержащегося в определенном количестве раствора.

Концентрация раствора может быть выражена по-разному (в вес. %, в объемн. %, в г/л, молярностью и т. д.)

В практике объемного анализа концентрацию титрованных растворов выражают *числом грамм-эквивалентов вещества в 1 л раствора* или *числом грамм-молекул (молей) вещества в 1 л раствора*. Число грамм-эквивалентов обозначает *нормальность (н.) раствора*, и раствор называют *нормальным*. Так, 0,5 нормальный (0,5 н.) раствор  $\text{H}_2\text{SO}_4$  содержит 0,5г-экв  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (т.е. 24,5 г  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) в 1 л раствора. Число молей (грамм-молекул) вещества в 1 л раствора выражает *молярность (М) раствора*, и раствор называют *молярным*. Например, одномолярный (М) раствор серной кислоты содержит одну молекулу (т.е. 98 г)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  в 1 л раствора.

#### *Классификация стандартных растворов*

*Первичные стандартные растворы* – это растворы, которые получают растворением навески реагента, взятой на аналитических весах с точностью до четвертого знака, в определенном объеме растворителя, в мерной колбе. Поправочный коэффициент к молярной концентрации такого вещества принимается равным 1,00. Для приготовления первичных стандартных растворов могут использоваться стандартные вещества, отвечающие ряду требований:

- быть химически чистыми;
- строго отвечать химической формуле;
- быть устойчивыми как в твердом виде, так и в растворе;
- к данным веществам относятся:  $\text{KBrO}_3$ ,  $\text{KIO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ .

*Вторичные стандартные растворы* (или растворы с установленным титром) – это растворы, которые готовят из веществ, не имеющих постоянного состава, или веществ, которые нельзя получить в достаточно чистом виде, а также из веществ, концентрация которых изменяется при хранении. К данным веществам относятся:  $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{I}_2$  и многие другие. При приготовлении этих растворов нет необходимости брать точную навеску вещества, так как невозможно получить раствор с точно известной концентрацией. Поэтому берется

навеска вещества, примерно на 10% большая, чем по расчету. Отвешивают или отмеривают это количество вещества и растворяют в необходимом количестве растворителя, в мерной колбе, а затем оттитровывают и вычисляют истинную концентрацию.

## 2.2. Основные понятия и термины, используемые в титриметрическом анализе

Согласно Международной системе единиц физических величин (СИ) основной единицей количества вещества в химии является моль.

*Моль* – это количество простого или сложного вещества, содержащее столько специфицированных структурных единиц вещества (молекул, атомов, ионов, электронов), сколько содержится атомов в 12 г изотопа углерода  $^{12}\text{C}$ . В 12 г изотопа  $^{12}\text{C}$  содержится  $6,022 \cdot 10^{23}$  атомов. Это число называется *постоянной Авогадро*.

Таким образом, число структурных элементов в моль любого вещества  $6,022 \cdot 10^{23}$ . Можно говорить о моль атомов, молекул, ионов, электронов.

В соответствии с действующей нормативной документацией концентрацию титрованных растворов выражают содержанием в 1 литре моль (моль/л) или моль эквивалента (моль/л УЧ) растворенного вещества. Способ выражения концентрации титрованных растворов обусловлен значением молярной массы эквивалента титранта (X) в реакциях кислотно-основного или окислительно-восстановительного титрования, протекающих между ним и определяемым веществом:

$$M(f_{\text{экв}}(X)X) = \mathcal{E}(X) = f_{\text{экв}}(X)X \cdot M(X)$$

где:  $M(f_{\text{экв}}(X)X)$ ;  $\mathcal{E}(X)$  – молярная масса эквивалента, г/моль;

$M(X)$  – молярная масса вещества X, г/моль;

$f_{\text{экв}}(X)X$  – фактор эквивалентности вещества X в химической реакции.

Если  $f_{\text{экв}}(X)X = 1$ , а  $\mathcal{E}(X) = f_{\text{экв}}(X) \cdot M(X) = M(X)$ , то титрованный раствор, содержащий 1 моль вещества в 1 литре, называется молярным ( $C(X)$ ). Единицы измерения моль/л или М.

*Молярность* – выраженное в молях количество растворенного вещества, содержащееся в одном литре раствора.

*Количество вещества в молях* – это количество вещества, эквивалентное числу молей ионов водорода или числу молей электронов в соответствующих реакциях. Молярность вычисляют как отношение количества растворенного вещества к объему раствора (г/мл).

*Молярная масса эквивалента вещества* – это произведение массы одного моля этого вещества на фактор эквивалентности ( $f_{\text{экв}}$ ) или условную частицу (УЧ):

$$\text{М.м. экв} = f_{\text{экв}} * \text{М.м. или } \text{М.м. экв} = \text{УЧ} * \text{М.м.}$$

*Фактор эквивалентности вещества ( $f_{\text{экв}}$ ) или условная частица (УЧ)* – это число, обозначающее, какая доля молекулярной массы вещества эквивалентна одному электрону в данной реакции окисления – восстановления, одному иону водорода в данной кислотно – основной реакции, одному заряду в данной осадительной реакции.

Если  $f_{\text{экв}}(X)X = 1/z$  ( $z$  – число эквивалентности вещества  $X$  в используемой реакции), а  $\mathcal{E}(X) = f_{\text{экв}}(X) * M(X) = 1/z * M(X) = M(\text{УЧ } X)$ , то титрованный раствор, содержащий 1 моль эквивалента вещества  $X$  (моль условных частиц) в 1 литре, называется *нормальными* ( $N(X)$ ). В таких случаях допускается вместо обозначения единицы измерения моль/л УЧ сокращение  $N$ . Например,  $1 \text{ моль/л } (1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ Н. H}_2\text{SO}_4$ .

*Условная частица (УЧ)* – это доля иона, атома или молекулы, ответственная за передачу одного электрона в реакции окисления – восстановления или одного иона водорода в кислотно – основной реакции. Термин “УЧ” соответствует понятию эквивалент.

*Молярная ( $C$ ) и нормальная ( $N$ ) концентрации* титрованного раствора вещества  $X$  связаны между собой следующей зависимостью:

$$M(X) = C(X) = N(X) * f_{\text{экв}}(X)$$

Например, если  $N(H_2SO_4) = 0,1$  моль/л ( $УЧ \frac{1}{2} H_2SO_4 = 0,1$  Н., то  $C(H_2SO_4) = 0,1 * 1/2 = 0,05$  моль/л.

Наряду с молярной концентрация титрованных растворов выражается *титром* и *титром по определяемому веществу*. Значение титра каждого титрованного раствора приведено в статье на соответствующий титрованный раствор (ГФ XI, вып.2, стр.61-81)

*Титр* – выраженная в граммах масса растворенного вещества, содержащаяся в одном миллилитре раствора.

*Титр* – отношение массы растворенного вещества к объему раствора.

*Титр* – концентрация раствора, равная массе вещества (г) в 1 мл раствора.

Титр (Т) вычисляют по формуле:

$$T \text{ г/мл} = a/V,$$

где: Т – титр титрованного раствора, г/мл;

а – масса вещества, взятая для приготовления заданного объема титрованного раствора, г

V – заданный объем титрованного раствора, мл.

Единица измерения титра г/мл.

*Титр титранта по определяемому веществу* – выраженная в граммах масса определяемого вещества, эквивалентная одному миллилитру данного титранта. Вычисляют титр исходя из молярности или титра титранта с учетом стехиометрических коэффициентов уравнения химической реакции, протекающей при титровании, и молярных масс реагирующих веществ.

Единица измерения титра титранта по определяемому веществу г/мл.

Титр титранта по определяемому веществу (Т) вычисляют по формуле:

$$T = M.м. \text{ экв} * C / 1000,$$

где: С – молярная концентрация титранта;

М.м. экв – молярная масса эквивалента определяемого вещества.

### 2.3. Общие правила при приготовлении титрованных растворов

1. Титрованные растворы обычно готовят в мерных колбах емкостью 0,5 л., 1 л. и 2 л, предварительно вымытых хромовой смесью и водой.
2. После приготовления растворы тщательно перемешивают.
3. Мерные колбы для растворов, разлагающихся под действием света, должны быть из темного (коричневого) стекла или покрыты черным лаком; в крайнем случае, обернуты в черную бумагу.
4. Для приготовления титрованных растворов применяют воду очищенную, соответствующую требованиям ФС «Вода очищенная».
5. Для приготовления некоторых растворов (тиосульфата натрия, щелочей) применяют воду, не содержащую углекислого газа.

*Примечание. Методика получения воды очищенной, не содержащей углекислого газа.*

Необходимое количество воды очищенной кипятят в течение 0,5 ч (до бурного кипения). Затем кипячение прекращают, колбу закрывают пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка, соединенная при помощи резинового шланга с промывной склянкой (склянка Дрекслея или Тищенко). В склянке Дрекслея содержится 20% раствор NaOH или KOH. В очищенной таким образом воде определяют содержание углекислого газа. Для этого к 300-500 мл воды прибавляют 2-3 капли фенолфталеина и титруют 0,1 н раствором NaOH до появления розового окрашивания:  $\text{CO}_2 + \text{NaOH} = \text{NaHCO}_3$

Количество 0,1 н. раствора NaOH, израсходованного на титрование, не должно превышать 0,2-0,3 мл. Освободить воду очищенную от углекислого газа можно также путем длительного хранения (в течение недели) в открытом сосуде, защищенном от пыли.

## 2.4. Способы приготовления титрованных растворов

Титрованные растворы готовят *3 способами*:

*1 способ*: растворяют массу химически чистого вещества в определенном объеме свежeproкипяченной и охлажденной воды или другого растворителя;

*2 способ*: из титрованных растворов известных концентраций;

*3 способ*: из фиксанала.

Для приготовления титрованных растворов в фармацевтических лабораториях, широко применяют *фиксаналы*.

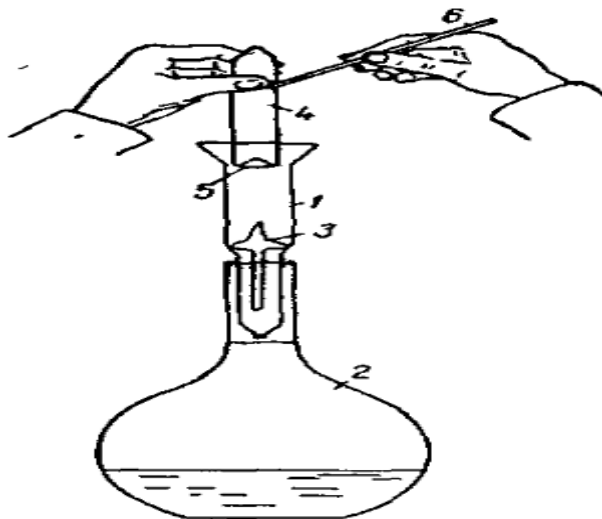
*Фиксаналы* – это запаянные ампулы, содержащие точную массу вещества, необходимую для приготовления 1 литра титрованного раствора. Исходные вещества, содержащиеся в фиксанале, соответствуют препаратам квалификации х.ч. или ч.д.а. Их изготавливают в специальных лабораториях или на химических заводах. Чаще всего в ампулах содержится такое "количество вещества, которое необходимо для приготовления 1 л 0,1 н. или 0,01 н. раствора. Большая часть фиксаналов, особенно в сухом виде, хорошо сохраняется. Фиксанал раствора щелочи довольно быстро разрушает стекло, становится мутным и не пригодным для работы. Обычно ампулы одного наименования упаковывают в картонную коробку по 10 шт. В каждую коробку вкладывается инструкция с описанием правил пользования.

Фиксаналы используют для приготовления *первичных стандартных растворов*. На фиксанале указывается:

- концентрация раствора;
- название вещества.

*Методика приготовления титрованного раствора из фиксанала*: с ампулы снимают этикетку, обмывают дистиллированной водой. В однолитровую мерную колбу вставляют стеклянную воронку, в которую помещают прилагаемый к фиксаналу стеклянный боек. Держа ампулу над воронкой, разбивают ударом об острие бойка нижнее углубление, затем стеклянной острой палочкой пробивают верхнее углубление ампулы, отчего содержимое ампулы попадает в кол-

бу. Тщательно промывают внутренность ампулы дистиллированной водой, стекающей в ту же колбу. Ампулу выбрасывают, а колбу доливают дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают раствор. На рисунке 1 показано приспособление для вскрытия фиксаналов (ампул).



**Рисунок 1. Приспособление для вскрытия фиксанала**

В фиксанале содержится обычно 0,1 грамм-эквивалента вещества, так что при растворении в 1 л получается децинормальный раствор. При необходимости другой концентрации содержимое ампулы разводят в колбе другой емкости.

К использованию растворов фиксаналов нужно относиться с большой осторожностью и не забывать, что для приготовления их необходимо применять точно откалиброванную мерную посуду. Кроме того, следует обязательно учитывать срок хранения фиксаналов (например, растворы щелочей сохраняются не более 6 месяцев), а также допускаемые несколько завышенные поправочные коэффициенты ( $\pm 0,002$  для кислот, т. е.  $\pm 0,2\%$  и  $\pm 0,003$  для щелочей, перманганата калия и тиосульфата натрия, т. е.  $\pm 0,3\%$ ).

В таблице 1 приведены наиболее часто применяемые титрованные растворы по ГФ XI с указанием их концентрации и способа установления титра.



Таблица 1

## Титрованные растворы

№	Наименование раствора	Концентрации титрованных растворов	Способ установления титра
1	Раствор кислоты хлористоводородной	1; 0,5; 0,1; 0,05; 0,02; 0,01	По точной массе натрия карбоната
2	Раствор натрия гидроксида	1; 0,5; 0,1; 0,05; 0,02; 0,01	По точной массе калия гидрофталата
3	Раствор кислоты хлорной	1; 0,5; 0,1; 0,05; 0,02; 0,01	По точной массе калия гидрофталата
4	Раствор серебра нитрата	0,1; 0,05	По точной массе натрия хлорида
5	Раствор ртути окисной нитрата	0,1	По точной массе натрия хлорида
6	Раствор аммония роданида (тиоционата)	0,1	По 0,1М раствору серебра нитрата
7	Раствор трилона Б	0,05	По точной массе металлического цинка
8	Раствор йода	0,1; 0,01	По 0,1М раствору натрия тиосульфата
9	Раствор натрия тиосульфата	0,1; 0,02; 0,01	По точной массе калия дихромата
10	Раствор калия бромата	0,1	По 0,1М раствору натрия тиосульфата
11	Раствор калия перманганата	0,1	По точной массе на-

			трия оксалата
12	Раствор церия сульфата	0,1; 0,01	По 0,1М раствору натрия тиосульфата

## 2.5.Способы вычисления молярности (концентрации) титрованных растворов

Концентрацию раствора вычисляют одним из указанных ниже способов.

*1 способ:* по навеске химически чистого вещества.

Молярность (М, моль/л) вычисляют по следующей формуле:

$$M = \frac{a * 1000}{\Xi * V}$$

где: а - навеска химически чистого вещества в граммах;

Ξ – молярная масса условных частиц химически чистого вещества в граммах на моль;

V - объем раствора, пошедшего на титрование навески, в миллилитрах;

1000 - количество миллилитров в 1 л раствора.

*2 способ:* по титрованному раствору известной концентрации.

Молярность (М, моль/л) вычисляют по следующей формуле:

$$M = \frac{M_0 * V_0}{V}$$

где: М<sub>0</sub> - молярность раствора вещества, по которому устанавливается титр, моль/л;

V<sub>0</sub> - объем раствора, по которому устанавливается титр, в миллилитрах;

V - объем раствора, молярность которого устанавливают, в миллилитрах.

## 2.6.Коэффициент поправки (понятие, расчет).

### Укрепление и разбавление титрованных растворов.

Для приготовленных титрованных растворов вычисляют *поправочный коэффициент к молярности (коэффициент поправки) (K)*, представляющий со-

бой отношение реально полученной концентрации ( $M_{\text{фактич}}$ ) титрованного раствора к теоретически заданной ( $M_{\text{теоретич}}$ ):

$$K = M_{\text{фактич}} / M_{\text{теоретич}}$$

Коэффициент поправки ( $K$ ) должен находиться в пределах *от 0,98 до 1,02*. При отклонении величины  $K$  от указанных пределов растворы необходимо соответственно *укрепить* или *разбавить*.

*Укрепление и разбавление титрованных растворов.*

В случае необходимости *разбавления* титрованного раствора ( $K > 1,02$ ) из рассчитанной величины  $K$  вычитают 1,0 и полученную разность умножают на объем приготовленного раствора, в мл ( $V$ ). Полученный результат соответствует количеству растворителя, в мл, которое необходимо прибавить к приготовленному раствору для доведения  $K$  до требуемого значения:

$$X_{\text{мл}} = (K - 1,0) * V$$

Для *укрепления* титрованного раствора ( $K < 0,98$ ) из 1,0 вычитают рассчитанную величину  $K$  и полученную разность умножают на массу исходного вещества ( $m$ ), взятую для приготовления необходимого объема титрованного раствора:

$$X_{\text{г}} = (1,0 - K) * m$$

После добавления рассчитанного количества растворителя или исходного вещества проводят повторное определение поправочного коэффициента. При соответствии  $K$  требованиям ГФ XI титрованный раствор может быть использован в титриметрическом анализе.

В описании каждого титрованного раствора указывается теоретическое содержание химически чистого вещества в 1 мл раствора.

Титрованные растворы хранят при комнатной температуре, защищая их при необходимости от воздействия углекислоты и влаги воздуха и от прямых солнечных лучей.

## 2.7. Поправки на температуру при пользовании титрованными растворами

При выполнении особо точных работ в объемном анализе необходимо помнить, что водные растворы расширяются при повышении температуры и сжимаются при охлаждении, что приводит к изменению концентрации титрованного раствора.

Кубический коэффициент расширения всякого водного раствора зависит от концентрации растворенного вещества. Для воды и для 0,1 н водных растворов практически он одинаков.

В табл. 2 приводятся поправки к объему воды и некоторых водных растворов, находящихся в мерных колбах, к объему при 20°C, которая в объемном анализе принимается за нормальную температуру.

Таблица 2

Приведение объема воды и некоторых водных растворов к объему при 20°C

Поправка Р (в мл) на объём 1000 мл							
t, °C	Вода и 0,1 н р- ры	1 н HCl	1 н (CO- OH) <sub>n</sub>	1 н H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1 н HNO <sub>3</sub>	1 н Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	1 н NaOH
5	+1,36	+2,23	+2,38	+3,24	+3,30	+3,32	+3,51
6	+1,36	+2,15	+2,30	+3,09	+3,14	+3,16	+3,32
7	+1,35	+2,07	+2,21	+2,93	+2,98	+2,98	+3,13
8	+1,32	+1,97	+2,10	+2,76	+2,80	+2,79	+2,93
9	+1,28	+1,85	+1,99	+2,58	+2,61	+2,60	+2,72
10	+1,22	+1,73	+1,86	+2,39	+2,41	+2,40	+2,51
11	+1,16	+1,60	+1,72	+2,19	+2,21	+2,19	+2,29
12	+1,09	+1,45	+1,57	+1,98	+1,99	+1,98	+2,06

13	+0,98	+1,30	+1,40	+1,76	+1,76	+1,76	+1,83
14	+0,88	+1,14	+1,23	+1,53	+1,53	+1,53	+1,58
15	+0,76	+0,97	+1,05	+1,30	+1,30	+1,29	+1,33
16	+0,63	+0,79	+0,85	+1,06	+1,05	+1,05	+1,08
17	+0,49	+0,61	+0,65	+0,81	+0,80	+0,80	+0,82
18	+0,34	+0,41	+0,44	+0,55	+0,54	+0,56	+0,55
19	+0,17	+0,21	+0,23	+0,28	+0,27	+0,27	+0,28
20	±0,00	±0,00	±0,00	±0,00	±0,00	±0,00	±0,00
21	-0,19	-0,22	-0,24	-0,28	-0,28	-0,28	-0,29
22	-0,36	-0,44	-0,49	-0,56	-0,57	-0,56	-0,59
23	-0,59	-0,67	-0,75	-0,85	-0,87	-0,85	-0,90
24	-0,80	-0,91	-1,02	-1,15	-1,17	-1,15	-1,21
25	-1,03	-1,17	-1,29	-1,46	-1,48	-1,46	-1,52
26	-1,26	-1,43	-1,57	-1,78	-1,80	-1,77	-1,84
27	-1,51	-1,70	-1,85	-2,11	-2,13	-2,09	-2,17
28	-1,76	-1,92	-2,14	-2,45	-2,46	-2,11	-2,50
29	-1,99	-2,26	-2,44	-2,79	-2,80	-2,75	-2,87
30	-2,30	-2,55	-2,77	-3,13	-3,14	-3,09	-3,19
31	-2,54						
32	-2,83						
33	-3,12						
34	-3,43						
35	-3,73						

Для приведения объема к нормальной температуре пользуются формулой

$$V_{20} = V_1 \cdot (1 + 0,001P_1)$$

где  $V_{20}$  - искомый объем раствора при 20° С;  $V_1$  - объем раствора, измеряемый при температуре опыта;  $P_x$  — поправка (берется из табл. 2 со знаком + или -) при той температуре, при которой измерен объем  $V$ . В практической работе удобнее, учитывая температурную поправку, пересчитывать не объем раствора, а его коэффициент поправки по следующей формуле:

$$K_2 = K_1 [1 - 0,001 (P_1 - P_2)]$$

где  $K_1$  – коэффициент поправки раствора при температуре  $t$  в день установки титра,  $K_2$  – коэффициент поправки раствора при температуре  $t_1$  в день использования раствора; поправки, взятые для соответствующих температур  $t$  и  $t_1$  из табл. 2

**Пример.** Определить коэффициент поправки 0,1 н раствора при  $t=24^{\circ}\text{C}$ , если он был установлен при  $t = 15^{\circ}\text{C}$  и в этих условиях был равен 1,000

$$K_m = 1,000 * [1 - 0,001 (0,76 + 0,80)] = 0,9984$$

Для 0,1 н. растворов поправки на температуру могут быть взяты непосредственно из табл. 3. При этом выводят алгебраическую разность между поправками, найденными по табл. 2 для температур  $t$  и  $t_i$ . Абсолютную величину этой разности прибавляют к коэффициенту поправки, установленному при температуре  $t$ , если  $t > t_i$ , и вычитают, если  $t < t_i$ .

**Таблица 3**

**Поправка на температуру для коэффициентов поправки 0,1 н. растворов**

$t, ^{\circ}\text{C}$	Величина поправки	$t, ^{\circ}\text{C}$	Величина поправки	$t, ^{\circ}\text{C}$	Величина поправки
5	-0,0014	15	-0,0008	25	+0,0010
6	-0,0014	16	-0,0006	26	+0,0013
7	-0,0013	17	-0,0005	27	+0,0015
8	-0,0013	18	-0,0003	28	+0,0018
9	-0,0013	19	-0,0002	29	+0,0020

10	-0,0012	20	+ 0,0000	30	+0,0023
11	-0,0012	21	+ 0,0002	31	+0,0025
12	-0,0011	22	+ 0,0004	32	+0,0028
13	-0,0010	23	+ 0,0006	33	+0,0031

Например, для  $t=15^{\circ}\text{C}$  и  $t = 24^{\circ}\text{C}$  находим:

$$K_{24} = 1,000 + \underbrace{[(-0,0008) - (+0,0008)]}_{0,0016} = 1,000 - 0,0016 = 0,9984$$

## **2.8.Химическая мерная посуда, используемая для приготовления титрованных растворов (мойка, сушка, проверка, калибровка и правила работы с химической посудой)**

### *Мытье химической посуды*

Умение мыть химическую посуду является той частью лабораторной техники, знание которой обязательно для каждого работника лаборатории.

Химическая посуда должна быть совершенно чиста; без выполнения этого условия работать нельзя. Поэтому следует научиться мыть посуду так, чтобы была полная уверенность в ее чистоте.

Для выбора способа мытья посуды в каждом отдельном случае необходимо следующее:

- 1.Знать свойства загрязняющих посуду веществ.
- 2.Использовать растворимость загрязнений в воде (холодной или горячей), в растворах щелочей, различных солей или кислот.
- 3.Использовать свойства окислителей окислять в определенных условиях органические и неорганические загрязнения, разрушать их с образованием легко растворимых соединений.

4.Для мытья могут быть использованы все вещества, обладающие поверхностно-активными свойствами (мыло, синтетические моющие вещества, моющие глины и пр.).

5.Если загрязняющий посуду осадок химически стоек, для удаления его можно применить механическую очистку (при помощи ершей и пр.).

6.Из реактивов для мытья следует применять только дешевые материалы.

7.Нужно всегда помнить о технике безопасности и возможности несчастных случаев при мытье посуды, особенно если работающий незнаком со свойствами загрязнений. Каждый новый работник лаборатории должен быть ознакомлен с правилами техники безопасности.

Удалить загрязнения со стенок посуды можно различными методами: механическими, физическими, химическими, физико-химическими или комбинируя их.

#### *Механические и физические методы очистки посуды*

##### *Мытье водой*

В тех случаях, когда химическая посуда не загрязнена смолой, жировыми и другими не растворяющимися в воде веществами, посуду можно мыть теплой водой. Стелянная посуда считается чистой, если на стенках ее не образуется отдельных капель и вода оставляет равномерную тончайшую пленку.

Если на стенках посуды имеется налет каких-либо солей или осадок, посуду очищают (предварительно смочив водой) щеткой или ершом (рис.2) и уже затем окончательно моют водой.





**Рисунок 2. Ерши для мытья химической посуды**

При работе с ершом нужно следить, чтобы нижний конец его не ударялся ни о дно, ни о стенки посуды, так как этим концом можно выбить дно или проломить стенку. Чтобы предотвратить возможность разбивания посуды металлическим концом ерша, на кончик его нужно надеть кусочек резиновой трубки подходящего размера.

Хорошо вымытую в теплой воде посуду обязательно два-три раза споласкивают дистиллированной водой для удаления солей, содержащихся в водопроводной воде. Для удобства обмывания посуды на кран можно одеть отрезок резинового или силиконового шланга.

Для более быстрого выливания воды из посуды с узким горлом можно придать воде вращательное движение.

В больших лабораториях, где имеется отдельное помещение для мытья посуды (так называемые мойки), иногда применяют специальные приспособления для мытья водой и паром.

Для мытья пробирок водой или паром нетрудно сделать в любой мастерской приспособление, состоящее из четырехугольного ящика (400 \* 160 \* 90 мм) с двойным дном. В верхнее дно вставляют 65 трубок длиной по 170 мм и диаметром, соответствующим диаметру наиболее употребительных пробирок. Вверху каждой такой трубки помещена спираль. Надетая на трубку пробирка своим дном опирается на эту спираль. Ящик имеет сток для воды и снабжен двумя кранами: один - для воды, другой - для пара.

Этот прибор можно приспособить для мытья и другой посуды, например стаканов, колб и пр. Для этого трубки следует сделать вывинчивающимися и при необходимости разрезать их так, чтобы на часть трубок можно было поместить стакан или колбу. Отверстия после вывинчивания трубок закрывают резиновыми или завинчивающимися металлическими пробками.

Выпускают машины для мытья лабораторной посуды.

Остатки ненужных растворов, оставшихся в посуде, содержащих соли ртути, серебра, золота, платины и других ценных или редких металлов, а также иода следует собирать в предназначенные для этого банки. Из собранных растворов и осадков затем регенерируют соответствующие вещества. Так следует поступать и с ценными органическими веществами, например алкалоидами.

В раковину нельзя выливать и выбрасывать концентрированные растворы кислот и щелочей, хромовую смесь, дурно пахнущие и ядовитые вещества, металлический натрий и т. п. Концентрированные кислоты и щелочи необходимо предварительно сильно разбавить или, еще лучше, нейтрализовать во избежание разрушения канализационной сети.

Дурно пахнущие и ядовитые вещества должны быть разрушены или обезврежены тем или иным способом в зависимости от их свойств. При выливании в раковину таких веществ возможно их испарение и отравление воздуха лаборатории. Если нет возможности так или иначе разрушить или обезвредить эти вещества, их можно сливать только в раковину, находящуюся в вытяжном шкафу.

### *Мытье паром*

Посуда не всегда может быть отмыта одной водой; например, этим путем нельзя удалить загрязнения жировыми веществами. Значительно лучших результатов можно достичь, если мыть посуду струей водяного пара. Этот способ мытья является самым лучшим, но он редко применяется, так как требует длительного времени. Если обычно колбу можно вымыть за 5-10 мин, то для мытья паром нужен минимум 1 ч. Когда требуется особенно чистая посуда (для проведения ряда физико-химических работ), ее предварительно моют каким-либо обычным способом, после чего пропаривают.

Для мытья паром в колбу емкостью 3-5 л до половины наливают воду, на дно кладут несколько кусочков пемзы или стеклянные капилляры (для равномерного и спокойного кипения). Колбу плотно закрывают пробкой. В пробку вставляют трубку для подводки пара и воронку, через которую в колбу стекает конденсат. Конец воронки для предотвращения прорыва пара опускают в воду приблизительно на 2-3 см. Верхний конец трубки вводят в сосуд, который укрепляют в кольце или лапке штатива.

После мытья паром посуду, не перевертывая, высушивают или продуванием чистого воздуха, или в сушильном шкафу, или же просто на воздухе, но при этом нужно следить, чтобы не загрязнить ее.

### *Мытье органическими растворителями*

К органическим растворителям относятся: диэтиловый (серный) эфир, ацетон, спирты, петролейный эфир, бензин, скипидар, четыреххлористый углерод и другие растворители.

Органические растворители применяют для удаления из посуды смолистых и других органических веществ, которые не растворяются в воде.

Для мытья посуды используют также пары органических растворителей. Для этого применяют аппарат, представляющий собой металлический сосуд, на дно

которого наливают органический растворитель, преимущественно высококипящий (например, хлорированные углеводороды и т. п.). В сосуд на треноге помещают корзину из проволоки. В эту корзину укладывают посуду так, чтобы горла сосудов были обращены вниз. Сосуд плотно закрывают крышкой. Верхняя часть сосуда имеет охлаждающее устройство в виде змеевика с 3-4 оборотами. Змеевик одним концом присоединен к водопроводному крану, а на другой конец надевают резиновую водоотводную трубку, опущенную в раковину.

Если охлаждение змеевиком окажется недостаточным, в крышку сосуда можно вставить обратный холодильник Сокслета.

Работу с аппаратом следует проводить под тягой.

В зависимости от горючести растворителя и его температуры кипения, обогрев можно проводить или голым пламенем, или на электроплитке, или на водяной бане. Продолжительность обработки парами растворителя зависит от того, насколько загрязнена посуда. Очень загрязненную смолами или маслами посуду приходится иногда обрабатывать несколько раз, причем каждый раз в сосуд следует наливать свежий растворитель.

Промытую парами растворителей посуду обрабатывают хромовой смесью или другими окислителями.

Большинство органических растворителей огнеопасно, работать с ними следует вдали от огня. Загрязненные органические растворители нужно собирать каждый в отдельности и время от времени регенерировать их. Регенерация состоит в том, что загрязненный растворитель отгоняют.

### *Мытье другими моющими средствами*

Для мытья посуды можно применять и другие вещества, например мыло и особенно 10%-ный раствор тринатрийфосфата, обладающий прекрасными моющими свойствами.

При мытье водой с мылом или тринатрийфосфатом полезно поместить в колбу кусочки чистой фильтровальной или какой-либо другой мягкой бумаги. При

встряхивании колбы бумага механически удаляет со стенок приставшие к ним загрязнения.

Совершенно недопустимо применять для очистки посуды песок, так как он царапает стекло. Посуда, имеющая царапины, при нагревании обычно ломается.

### *Химические методы очистки посуды*

#### *Мытье хромовой смесью*

Очень часто в лабораториях для мытья посуды применяют хромовую смесь, так как хромовокислые соли в кислом растворе являются сильными окислителями. Для приготовления хромовой смеси в концентрированную серную кислоту добавляют около 5% (от массы серной кислоты) размельченного в порошок кристаллического двуххромовокислого калия и осторожно нагревают в фарфоровой чашке на водяной бане до растворения его.

Для приготовления хромовой смеси можно применять также двуххромовокислый натрий, который растворяют в воде, а затем в раствор осторожно добавляют серную кислоту.

Смесь готовят из расчета:

вода - 100 мл,

двуххромовокислый натрий - 6 г,

серная кислота (пл. 1,84) - 100 мл.

При мытье хромовой смесью посуду споласкивают сначала водой, а потом наливают слегка подогретую хромовую смесь до 1/4-1/3 объема сосуда и осторожно и медленно смачивают внутренние стенки его. После этого хромовую смесь выливают обратно в тот же сосуд, в котором она хранится, причем стараются смочить ею оставшиеся не смоченными стенки посуды и особенно наиболее загрязненные ее края. Слив всю жидкость, посуду оставляют постоять несколько минут, затем ее моют сначала водопроводной водой (лучше теплой), потом дистиллированной.

Сильно загрязненную посуду моют хромовой смесью несколько раз.

Труднее всего отмываются загрязнения на горлышках колб. Чтобы отмыть их, хромовую смесь наливают в стакан, опускают в него горло колбы, слегка обогретой (достаточно нагревания рукой), после того как колба охладится, жидкость несколько поднимается внутрь ее. Через одну-две минуты колбу вынимают, дают стечь хромовой смеси, а затем колбу моют водой, как описано выше.

Хромовая смесь служит довольно долго. После длительного употребления ее цвет из темно-оранжевого переходит в темно-зеленый, что служит признаком ее дальнейшей непригодности для мытья. В лаборатории всегда должен быть запас хромовой смеси.

Хромовая смесь очень сильно действует на кожу и одежду, поэтому обращаться с ней следует осторожно.

Неопытные работники при мытье пипеток и трубок часто набирают хромовую смесь в них ртом. При этом случается, что хромовая смесь засасывается в рот, вызывая ожоги полости рта и порчу зубов. Хромовую смесь следует набирать в пипетку при помощи резиновой груши без баллона. К груше присоединяют резиновую трубку, конец которой надевают на пипетку. Сжав рукой грушу, чтобы удалить из нее воздух, и закрыв большим пальцем отверстие для поступления воздуха, пипетку опускают в хромовую смесь. Постепенно разжимают руку (большой палец с отверстия не снимать), внутри пипетки образуется разрежение и хромовая смесь поднимается в нее. Набрав полную пипетку и продержав в ней хромовую смесь 1-2 мин, отнимают большой палец от отверстия груши и дают жидкости стечь.

Повторив несколько раз эту операцию, пипетку моют, как обычно.

Пипетки, бюретки и подобные им длинные трубки удобно также мыть хромовой смесью в толстостенном цилиндре такой высоты, чтобы трубки могли быть погружены в него более чем на половину. В цилиндр помещают подлежащие мытью трубки и заливают его почти доверху хромовой смесью. Через некоторое время трубки вынимают и помещают их в цилиндр обратными концами.

В качестве моющего средства можно применять также раствор  $K_2Cr_2O_7$  в концентрированной  $HNO_3$ . Для приготовления этого раствора 200 г  $K_2Cr_2O_7$  растворяют в 1 л  $HNO_3$ . Такой раствор даже при комнатной температуре по своим моющим свойствам превосходит хромовую смесь и устойчив в течение длительного времени.

Хромовую смесь не применяют, если посуда загрязнена парафином, керосином, воском, минеральными маслами и вообще продуктами перегонки нефти. В этих случаях посуду моют паром или органическими растворителями.

Нужно избегать попадания в хромовую смесь спиртов - этилового или метилового, тотчас окисляющихся и восстанавливающих дихромат-ион до  $Cr^{3+}$ . В результате этого раствор приобретает зеленую окраску и делается непригодным для дальнейшего применения.

Если посуда загрязнена солями бария, мыть ее хромовой смесью, содержащей серную кислоту, нельзя, так как получающийся сернокислый барий образует на стенках посуды трудно удаляемый осадок.

Нужно заметить, что хромовую смесь полезно применять слегка подогретой (до  $45-50^\circ C$ ), тогда она действует сильнее.

Подогреть хромовую смесь можно по-разному:

- 1) отлив некоторое количество хромовой смеси в колбу, ее подогревают на горячей водяной бане;
- 2) осторожно добавляют в хромовую смесь немного воды и концентрированной серной кислоты;
- 3) можно также отмываемый предмет предварительно сполоснуть горячей водой.

Если хромовая смесь попадает на кожу рук или одежду, их следует прежде всего обмыть большим количеством соды, затем раствором соды (двууглекислого натрия) или аммиака.

### *Мытье марганцовокислым калием*

Хорошим средством для мытья посуды является 4%-ный раствор марганцовокислого калия.

Раствор марганцовокислого калия - сильный окислитель, особенно когда он подогрет и подкислен серной кислотой; его наливают в посуду, которую нужно предварительно вымыть горячей водой и вычистить ершом или щеткой. Затем тонкой струей добавляют немного концентрированной серной кислоты, что вызывает разогревание, вполне достаточное, чтобы все загрязнения на стенках быстро окислились. Серную кислоту следует брать в таком количестве, чтобы после добавления ее температура раствора была около 50-60 °С. Обычно на 100 мл раствора марганцовокислого калия бывает достаточно добавить 3-5 мл концентрированной серной кислоты.

Нужно брать именно серную кислоту и ни в каком случае не соляную, так как последняя окисляется марганцовокислым калием с образованием свободного хлора.

Иногда после мытья посуды раствором марганцовокислого калия на стенках ее появляется бурый налет; его можно удалить, споласкивая посуду 5%-ным раствором кислого сернистокислого натрия ( $\text{NaHSO}_3$ ), растворами закисного сернокислого железа ( $\text{FeSO}_4$ ), соли Мора или органических кислот, лучше всего щавелевой. После этого посуду моют водой.

При работе с подкисленным раствором марганцовокислого калия следует придерживаться тех же приемов мытья и мер предосторожности, которые описаны выше для хромовой смеси.

Отработанный подкисленный раствор марганцовокислого калия обычно выливают и повторно не используют. Если же применялся неподкисленный раствор, его можно использовать несколько раз.

Подкисленным раствором марганцовокислого калия очень хорошо очищаются ртутные насосы, трубки барометров и пр.



Иногда можно применять раствор марганцевокислого калия, в который добавляют какую-нибудь щелочь. Такой раствор является более мягким окислителем, и после мытья им стенки посуды покрываются бурым налетом двуокиси марганца, удаление которого проводится одним из приемов, описанных выше.

#### *Мытье смесью соляной кислоты и перекиси водорода*

Очень удобным и доступным окислителем, который с успехом можно применять для мытья химической посуды, является смесь Комаровского, состоящая из равных объемов 6 н. раствора  $\text{HCl}$  и 5-6%-ного раствора перекиси водорода. Эта смесь действует очень энергично, особенно при небольшом подогревании, при этом она не влияет на стекло, чего нельзя сказать о хромовой смеси или подкисленном растворе марганцевокислого калия. Вместо соляной кислоты можно пользоваться и уксусной.

Для мытья смесь наливают в слегка подогретую посуду (мерную посуду нагревать нельзя) или же подогревают смесь до 30-40 °C. Обмывают стенки посуды смесью, затем выливают ее в ту же посуду, в которой она хранилась, для повторного использования. После этого посуду моют водой, как обычно.

#### *Мытье серной кислотой и растворами щелочей*

Когда посуда загрязнена смолистыми веществами, нерастворимыми в воде, а также в тех случаях, когда в лаборатории нет хромовой смеси, посуду можно мыть концентрированной серной кислотой или концентрированным (до 40%) раствором щелочи ( $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$ ). Смолы большей частью растворяются или в кислоте, или в щелочи. Загрязненный сосуд заполняют на 1/4 щелочью (если смолы много, жидкость наливают так, чтобы вся смола была покрыта ею, но сосуд можно было бы свободно встряхивать). Когда смолы много, операцию повторяют несколько раз.

Продолжительность обработки кислотой или щелочью зависит от особенностей смолы. В одних случаях смолу можно удалить, встряхивая колбу в течение

5-10 мин, в других же случаях приходится отмывать смолу в течение нескольких часов, периодически встряхивая колбу.

Обращаться с концентрированными серной кислотой и щелочью нужно осторожно; кислоту нельзя выливать в раковину. Загрязненную смолой серную кислоту или щелочь следует сливать в глиняные или стеклянные банки, которые всегда должны стоять около водопроводной раковины. Сливать в одну банку кислоту и щелочь нельзя, так как при этом будет происходить нейтрализация, сопровождающаяся сильным разогреванием, вследствие чего содержимое банки может разбрызгиваться.

Кроме растворов едких натра или кали, полезно пользоваться и менее сильными щелочами, например известковым молоком, что, в частности, очень удобно для мытья посуды, загрязненной керосином. Для этого в посуду наливают раствор известкового молока (5-10%) и энергично встряхивают. Повторяя операцию два-три раза, очищают посуду от следов керосина. Много известкового молока брать не следует. На колбу емкостью 1 л достаточно взять 100-200 мл.

После обработки известковым молоком посуду моют теплой водой.

### *Смешанные способы мытья посуды*

Наилучшим примером сочетания различных способов очистки является мытье бюреток. Процесс мытья бюретки очень кропотливый и трудоемкий.

Сначала бюретку, если это необходимо, тщательно протирают ершом, на ручку которого надета резиновая трубка, чтобы не царапать стекло бюретки. Затем вынимают кран, стирают с него и с муфты крана вазелин или другую смазку, которыми всегда смазывают кран. Хорошо очищенный кран вставляют в муфту и прикрепляют резиновым кольцом, чтобы во время мытья он не выпал и не разбился. После этого бюретку, в зависимости от загрязнения, моют кислотой, растворами щелочей, насыщенным раствором марганцевокислого калия, подкисленным серной кислотой или хромовой смесью. Эту операцию повторяют

по несколько раз, сливая и вновь наливая в бюретку моющий раствор. В отдельных случаях можно влить раствор в бюретку, закрепленную в штативе, и оставить на ночь, подставив под бюретку стакан на тот случай, если кран начнет протекать. Затем бюретку промывают водопроводной водой и ополаскивают несколько раз дистиллированной водой, прочищают кран и муфту фильтровальной бумагой, смазывают их тонким слоем вазелина или другой смазкой и вставляют кран в муфту.

В хорошо вымытой бюретке мениск всегда имеет правильную вогнутую поверхность и на стенках не образуются капли.

#### *Очистка посуды для особо точных работ.*

Для некоторых работ требуется особенно чистая посуда. Стекло и кварц, из которых делают лабораторную посуду, обладают способностью сорбировать многие ионы. Например, после мытья хромовой смесью кварцевой или стеклянной посуды на стенках ее остаются ионы хромовой кислоты. На стенках посуды могут также сорбироваться многие ионы металлов, например свинца, меди, цинка, кадмия и пр. Присутствие всех этих ионов может вызвать ошибки при аналитических определениях. Поэтому вымытую посуду, в которой были растворы, содержащие ионы тяжелых металлов, после ополаскивания водой следует обмыть 5%-ным раствором комплексона III, а для удаления хромат-ионов - ополоснуть разбавленным раствором щавелевой кислоты (~0,01 н. раствор). Затем посуду еще раз хорошо обмывают водой, еще раз ополаскивают комплексонам III и заканчивают мытье, как обычно.

Для аналитических работ чистота посуды имеет особо важное значение. Нередко ошибки в определениях могут происходить именно вследствие недостаточно чисто вымытой посуды.

При определении микрокомпонентов (ионов металлов, содержащихся в исследуемом материале в крайне малом количестве) необходимо предупредить переход в раствор ионов металлов с поверхности стеклянной посуды. Для дос-

тижения такой чистоты в стеклянную посуду, тщательно вымытую описанными выше приемами, приливают до 10 мл 0,001 %-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде, встряхивают в течение нескольких минут, дают отстояться, после чего окрашенный раствор выливают в посуду для отработанного четыреххлористого углерода. Такую обработку посуды проводят до тех пор, пока раствор дитизона не перестанет изменять свою зеленую окраску. Когда это будет достигнуто, посуду промывают четыреххлористым углеродом и специально очищенной дистиллированной водой.

Однако случается, что такая обработка не дает нужного эффекта. Тогда посуду вначале обрабатывают 1%-ным водным раствором диэтилдитиокарбамата, встряхивая в течение нескольких минут, а затем раствор сливают, промывают посуду дистиллированной водой, очищенной раствором дитизона.

### *Сушка химической посуды*

Иногда вымытая посуда должна быть хорошо высушена. Сухая посуда нужна, когда работу необходимо проводить в отсутствие следов влаги (очень многие органические реакции).

Различают:

- а) методы холодной сушки (без нагревания);
- б) метод горячей сушки (при нагревании).

Если работу проводят с водными растворами, то, как правило, сушка посуды нерациональна.

#### *Методы холодной сушки*

##### *Сушка на колышках*

Это самый распространенный способ сушки посуды. В лаборатории должна быть специальная доска с колышками, которую обычно помещают над раковиной для мытья посуды. Вымытую посуду надевают на эти колышки и оставляют на них до тех пор, пока она не высохнет. Нужно следить за чистотой ко-

лышков и протирать их, так как на влажных колышках легко удерживается пыль и случайные загрязнения. Чтобы избежать загрязнения посуды от колышков, их можно обертывать чистой фильтровальной бумагой и уже потом надевать на них посуду. Когда на колышках сушат воронку, то конец ее полезно также обернуть куском фильтровальной бумаги. Очень удобно сушить посуду на специальных решетках.

### *Стол для сушки посуды*

Недостатком сушки на колышках является возможность загрязнения посуды. Поэтому в аналитических лабораториях, для которых чистота посуды является чрезвычайно важным условием, лучше пользоваться столами для сушки. Это - обычный стол, в крышке которого прорезаны круглые отверстия (гнезда) различного диаметра. Вымытую посуду опрокидывают и помещают в гнездо или над гнездом соответствующего диаметра. Таким образом, внутренняя поверхность сосуда не может загрязниться. Чтобы стекающая из посуды вода не попала на пол, на некотором расстоянии под крышкой стола устанавливают плоскую воронку из жести. Посредине ее устроен сток.

### *Сушка воздухом*

Вымытую посуду можно высушить струей воздуха. В тех лабораториях, где нет проводки сжатого воздуха, следует применять меха, электрические воздуховки или резиновые груши. Сушить можно как холодным, так и нагретым воздухом. Воздух нагнетают при помощи груши или мехов через резиновую трубку, которую надевают на стекла иную трубку с оплавленным концом такой длины, чтобы она доходила до дна высушиваемого сосуда и снаружи оставался еще конец ее примерно в 10 см. Через высушиваемый сосуд продувают воздух до полного удаления следов влаги.

Если в лаборатории имеется проводка сжатого воздуха, то его следует использовать для сушки посуды. В этом случае воздух необходимо очистить от

пыли и других механических загрязнений путем фильтрования его через слой чистой ваты, помещенной в поглотительную колонку. Лучше применять стеклянную вату, которая мало подвержена химическим воздействиям и не набухает от воды или ее паров. Воздух поступает в нижнее отверстие колонки, проходит через слой ваты и из верхнего отверстия поступает в металлический змеевик, другой конец которого снабжен резиновой трубкой с насаженной на нее стеклянной трубкой. Нагревая змеевик на подставленной снизу горелке и пропуская через него одновременно воздух, посуду сушат подогретым воздухом.

Нагревание надо проводить на небольшом пламени и следить, чтобы змеевик не перегрелся, так как при этом может пострадать резиновая трубка.

### *Сушка спиртом и эфиром*

Обтерев сосуд снаружи чистым полотенцем, ополаскивают его сначала чистым этиловым спиртом, а затем чистым диэтиловым (серным) эфиром. Пары эфира удаляют продуванием холодного воздуха.

Остатки спирта и эфира выливать в раковину нельзя. Их сливают отдельно для последующей регенерации.

### *Сушка в эксикаторе*

В тех случаях, когда нужно принимать особые меры защиты вымытой посуды от загрязнения веществами, содержащимися в воздухе, мелкие стеклянные изделия следует высушивать в эксикаторе. Лучше применять вакуум-эксикаторы, заполненные силикагелем, хорошо адсорбирующим пары воды. В эксикаторы при этом помещают твердые водопоглощающие вещества, но не серную кислоту.

## *Методы сушки при нагревании*

### *Сушка горячим воздухом*

Для ускорения сушки можно обдувать посуду горячим воздухом (см. выше). Иногда посуду сушат над электроплиткой или над коптящим "холодным" пламенем горелки.

Нагревание следует проводить осторожно, так как в случае неравномерного обогрева посуда может лопнуть в результате местного охлаждения находящимися на стенках каплями воды.

Сосуд нужно все время поворачивать и после окончания высушивания обтереть со стекла копоть.

Мерную посуду (пипетки, мерные колбы и т. д.) нагревать на пламени нельзя.

### *Сушка в сушильном шкафу*

Быстро высушить посуду можно также в сушильном шкафу. Обыкновенно в сушильный шкаф посуду ставят после того, как она некоторое время постояла перевернутой (на колышках, решетке или сушильном столе) для удаления воды. Сушку проводят при 80-100° С. На полку шкафа следует положить кусок чистой фильтровальной бумаги.

Посуду при высушивании в сушильном шкафу не следует ставить вверх дном, так как это замедляет улетучивание паров воды. После сушки в сушильном шкафу посуду сразу применять нельзя, ей нужно сначала дать остыть.

### *Основные требования при мытье и сушке посуды*

При мытье и сушке посуды необходимо помнить следующее:

1. Посуда всегда должна быть чисто вымыта и ополоснута дистиллированной водой.
2. При работе с ершом нужно следить, чтобы нижним концом его не проткнуть дно или не пробить стенку сосуда.
3. При сушке посуды надо следить, чтобы она не загрязнилась.

4. При мытье посуды различными органическими растворителями необходимо экономить последние.

5. Осадки и растворы ценных веществ (иод, серебро, платина, ртуть и др.) при подготовке посуды к мытью нельзя выбрасывать; их следует собирать в отдельные склянки.

6. Концентрированные растворы кислот и щелочей, дурно пахнущие и ядовитые вещества, хромовую смесь, металлический натрий и т. п. нельзя выливать или выбрасывать в раковину.

7. Выбирая способ мытья, прежде всего, нужно учитывать, каким веществом загрязнена данная посуда.

8. При мытье посуды следует придерживаться правил техники безопасности и санитарии.

9. Все опасные и ядовитые вещества могут отмывать только люди, обученные обращению с такими веществами. Для мытья посуды с такими загрязнениями следует отводить отдельную раковину, помещенную под тягой.

10. Дурно пахнущие загрязнения отмывают только под тягой.

11. Следует соблюдать большую осторожность при использовании для мытья посуды концентрированных щелочей, концентрированных кислот, хромовой смеси и других окислителей. При работе с органическими растворителями следует избегать вдыхания их паров, попадания растворителей на руки и одежду и помнить об огнеопасности многих органических растворителей.

12. По возможности следует механизировать процесс мытья химической посуды.

13. Для отмывания загрязнений применяют наиболее дешевые материалы.

### *Проверка и калибровка мерной посуды*

Ввиду того, что номинальная емкость мерной посуды не всегда соответствует ее истинной емкости, что отражается на точности определений объемного анализа, калибровку посуды необходимо проверять.



За единицу объема в метрической системе мер принимают «истинный литр», т. е. объем, занимаемый массой воды в 1 кг при температуре ее наибольшей плотности (т.е. при 3,98°C), взвешенной в безвоздушном пространстве. В объемном анализе за единицу принят 1 мл, равный 0,001 л.

В качестве стандартной температуры при калибровании мерной посуды в настоящее время принята температура +20° С.

«Нормальный литр» равен объему такого количества вещества, которое занимает при +20°C объем истинного литра.

Мерную посуду калибруют или проверяют, определяя вес чистой воды, содержащейся в ней, или вес воды, вылитой из нее при определенной температуре; по весу воды рассчитывают емкость посуды. Такие расчеты производят по специальным таблицам (табл. 4).

**Таблица 4**

**Приведение объема воды к объему, занимаемому ею при +20°C**

<i>P, c</i>	Давление, мм. рт. ст.			
	760	740	720	700
	Вес воды (в г), соответствующий объему 1000 мл			
<b>9</b>	<b>998,43</b>	<b>998,46</b>	<b>998,49</b>	<b>998,52</b>
<b>10</b>	<b>998,39</b>	<b>998,42</b>	<b>998,45</b>	<b>998,48</b>
<b>11</b>	<b>998,31</b>	<b>998,34</b>	<b>998,37</b>	<b>998,40</b>
<b>12</b>	<b>998,23</b>	<b>998,26</b>	<b>998,29</b>	<b>998,32</b>
<b>13</b>	<b>998,14</b>	<b>998,17</b>	<b>998,20</b>	<b>998,23</b>
<b>14</b>	<b>998,04</b>	<b>998,07</b>	<b>998,10</b>	<b>998,13</b>
<b>15</b>	<b>997,93</b>	<b>997,96</b>	<b>997,99</b>	<b>998,02</b>
<b>16</b>	<b>997,80</b>	<b>997,83</b>	<b>997,86</b>	<b>997,88</b>
<b>17</b>	<b>997,65</b>	<b>997,68</b>	<b>997,71</b>	<b>997,73</b>
<b>18</b>	<b>997,51</b>	<b>997,54</b>	<b>997,57</b>	<b>997,59</b>
<b>19</b>	<b>997,34</b>	<b>997,37</b>	<b>997,40</b>	<b>997,42</b>
<b>20</b>	<b>997,18</b>	<b>997,21</b>	<b>997,24</b>	<b>997,26</b>
<b>21</b>	<b>997,00</b>	<b>997,03</b>	<b>997,06</b>	<b>997,08</b>
<b>22</b>	<b>996,80</b>	<b>996,83</b>	<b>996,86</b>	<b>996,88</b>
<b>23</b>	<b>996,61</b>	<b>996,64</b>	<b>996,67</b>	<b>996,69</b>
<b>24</b>	<b>996,39</b>	<b>996,42</b>	<b>996,45</b>	<b>996,47</b>

25	996,18	996,21	996,23	996,26
26	995,94	995,97	995,99	995,02
27	995,70	995,73	995,75	995,78
28	995,45	995,48	995,50	995,53
29	995,19	995,22	995,24	995,27
30	994,92	994,95	994,97	995,00
31	994,64	994,67	994,69	994,72
32	994,35	994,38	994,40	994,43
33	994,06	994,09	991,11	994,14
34	993,75	993,78	993,80	993,83
35	993,45	993,48	993,50	993,53

В таблице 4 для температур от 9 до 35° С дается количество воды в граммах, которое нужно отвесить, пользуясь латунными разновесами, при температуре опыта и соответствующем-барометрическом давлении, с тем, чтобы занимаемый ею (в стеклянной посуде) объем был равен при 20° С точно 1000 мл

Если принятая за нормальную температура ниже 20° С, надо к весу, указанному в таблице 4, прибавить 0,025 г на каждый градус, а если принятая температура выше 20° С, то вес соответственно уменьшить на 0,025 г.

Например, при приведении веса 1 л воды к 15° С надо все значения весов в табл. 4 увеличить на 0,125 г. При калибровке температура окружающего воздуха принята равной температуре взвешиваемой воды.

Если давление при проведении опыта не совпадает ни с одним из приведенных в табл. 4, принимают данные, относящиеся к ближайшему значению давления. Точное значение может быть найдено интерполированием, однако практически в этом нет надобности, так как возможная при этом ошибка настолько мала, что ею можно пренебречь.

При калибровании применяют обычную воду очищенную. Посуду и воду, предназначенную для ее заполнения, предварительно выдерживают не менее 1 ч в весовой комнате, чтобы они приняли температуру окружающего воздуха. Температуру воды измеряют термометром с точностью до 0,5° С.

## Бюретки

*Бюретка* представляет собой длинный цилиндрический градуированный сосуд, один конец ее снабжен стеклянным краном или резиновой трубкой, соединенной с капилляром. Резиновую трубку зажимают снаружи металлическим зажимом или в нее вводят стеклянную бусинку, которая является как бы пробкой.

Существуют *макро- и микробюретки*. Наиболее употребляемые макробюретки емкостью 50 мл, отградуированные на миллилитры и доли миллилитра с точностью до 0,1 мл. Отсчет сотых долей миллилитра производят на глаз. Микробюретки имеют емкость 1, 2, 5, 10 мл и градуированы на 0,01-0,02 мл. Удобна в обращении микробюретка с автоматическим заполнением емкостью 10 мл с ценой деления 0,02 мл, герметично соединенная со склянкой емкостью 1 л. Стеклянный кран в такой бюретке (где это позволяет раствор) лучше заменить на резиновую трубку со стеклянной бусинкой и соединить ее с очень тонко оттянутым капилляром, запарафинированным на конце, что способствует уменьшению капли вытекающего раствора и предохраняет ее от растекания.

*Проверка емкости бюретки.* Проверку емкости бюреток производят следующим способом. Чистую бюретку заполняют водой очищенной и устанавливают мениск на нулевом делении. Берут сухой бюкс с крышкой и взвешивают его на аналитических весах с точностью до 0,001 г. Затем медленно спускают из бюретки во взвешенный бюкс определенное количество воды, закрывают его крышкой и снова взвешивают. Предположим, спустили 5 мл воды. Разность между весом бюкса с водой и весом пустого бюкса соответствует весу воды, занимающей в бюретке объем между делениями 0 и 5 при данной температуре опыта. Повторяют определение веса 5 мл воды еще 1-2 раза. После этого снова наполняют бюретку водой до нулевого деления, спускают в бюкс 10 мл воды и снова взвешивают. Таким способом, взвешивают 15, 20, 30, 35, 40 мл и т.д. воды, каждый раз спускают воду, начиная от нулевого деления бюретки. Для каждого объема воды определение повторяют 2-3 раза, следя за тем, чтобы рас-

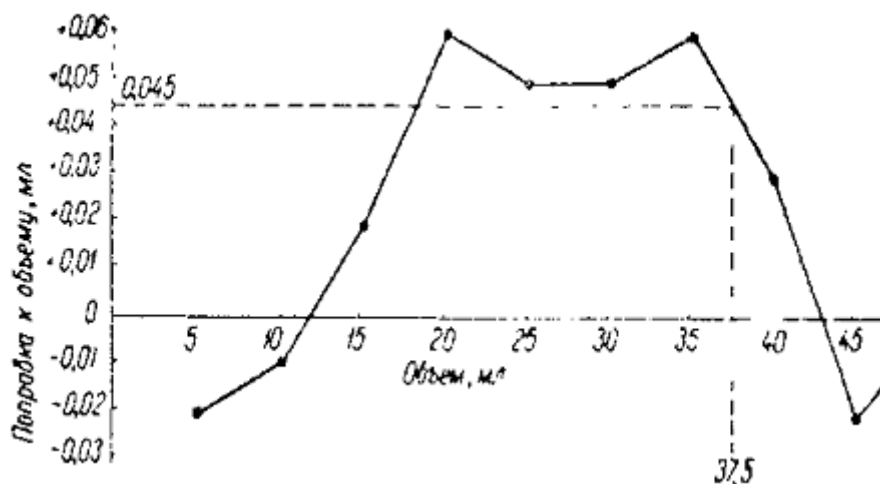
хождение между двумя взвешиваниями не превышало 0,01 г. Средний вес из трех параллельных определений округляют до сотых долей грамма. Найденные веса пересчитывают по объемы, пользуясь табл. 3, и составляют таблицу поправок для проверенной бюретки.

Например, вес воды, заполняющем бюретку в интервале от 0 до 5 мл, при 21°C и 760 мм рт ст оказался равным 4,96 г (среднее из трех определений). По табл. 4 находим, что 1 л воды в этих условиях должен весить 997 г, значит, 5 мл воды теоретически должны весить  $997 \cdot 5 / 1000 = 4,98$  г.

Высчитываем разницу между теоретическим и найденным весом 5 мл воды:  $4,98 \text{ г} - 4,96 \text{ г} = -0,02 \text{ г}$ . Значит, поправка равна 0,02 мл и истинная емкость бюретки в этом интервале будет

$$5 \text{ мл} - 0,02 \text{ мл} = 4,98 \text{ мл}$$

Так рассчитывают поправки для каждого измеряемого интервала. По найденным поправкам вычерчивают кривую поправок для бюретки (рис. 3).



**Рисунок 3. Кривая определения поправок для бюреток**

По кривой рис. 3 находят поправки для любого объема бюретки.

Например, на титрование израсходовано, согласно отсчёту по бюретке, 37,5 мл, по графику это соответствует поправке +0,045, значит, истинный объем израсходованного раствора составит  $37,5 \text{ мл} + 0,015 \text{ мл} = 37,54 \text{ мл}$ .

При массовых анализах пользоваться поправочными кривыми (или таблицами) затруднительно, и поэтому бюретки, емкость которых превышает допустимые нормы, лучше изъять из употребления.

Допустимые отклонения от номинальной емкости для бюреток 1-го класса приведены в таблице 5.

**Таблица 5**

**Допустимые отклонения от номинальной емкости для бюреток 1-го класса**

Емкость бюретки, мл	10	25	50	100
Отклонения, мл	$\pm 0,025$	$\pm 0,05$	$\pm 0,05$	$\pm 0,10$

*Правила работы с бюретками.* Пользуются или самой бюреткой, или ее присоединяют к склянке, содержащей титрованный раствор, с помощью соответствующих приспособлений, из которых некоторые представлены на рис 4.



**Рисунок 4. Бюретки и установки для титрования**

Растворы для титрования, находящиеся в бюретках и в склянках, защищают от вредных примесей воздуха с помощью хлоркальциевых трубок, склянок Тищенко или Дрекслея, заполненных соответствующим поглотителем.

Поглотителем для углекислого газа может служить натронная известь и 40% раствор КОН. Для защиты раствора тиосульфата натрия от окислителей можно рекомендовать раствор иодида калия (примерно 10%-ный). В качестве поглотительного раствора хорошо использовать сам титрованный раствор.

Положение бюретки в штативе или в склянке всегда должно быть строго вертикальным. Краны бюреток смазывают тонким слоем вазелина или специальной смазкой.

### *Состав и приготовление некоторых смазок.*

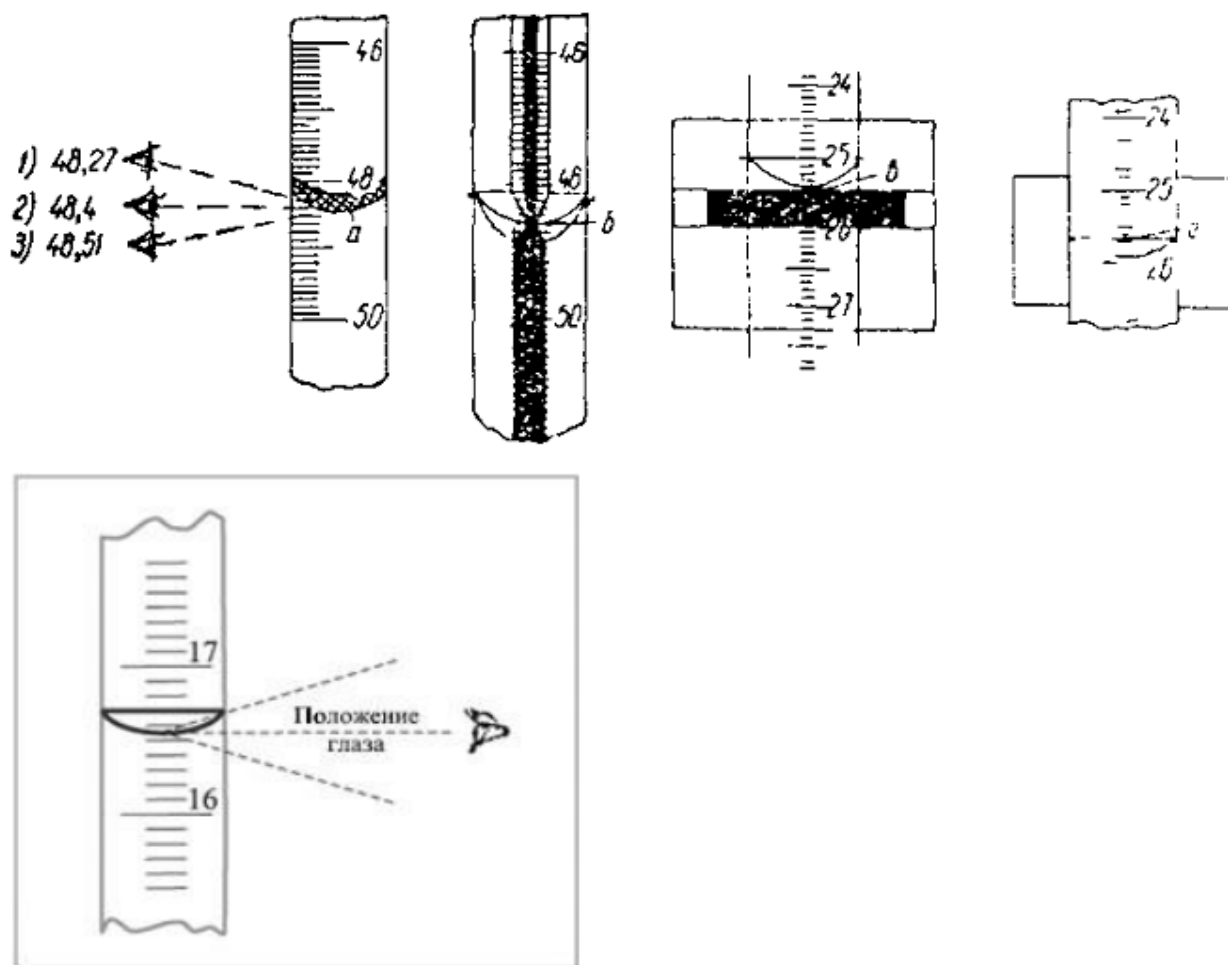
1. В колбе расплавляют 50 г вазелина и вносят в нее 10-15 г невулканизированного каучука. Нагревание продолжают до полного растворения.

2. Вазелиновую мазь для смазки готовят сплавлением равных частей парафина и вазелина.

Нельзя смазывать вазелином краны на бюретках, используемых для растворов перманганата калия. В этом случае смазывают краны концентрированной серной кислотой. Бюретки с резиновыми затворами нельзя применять для растворов перманганата калия, йода и нитрата серебра. Бюретки со стеклянными кранами не рекомендуется применять для растворов щелочей. Перед каждым новым титрованием бюретку заполняют до верхнего нулевого деления.

Необходимо обращать внимание на то, чтобы кончик бюретки ниже крана или стеклянной бусинки был целиком заполнен раствором, и в нем не было пузырьков воздуха. Пузырьки воздуха легче всего удалить струей раствора из бюретки при открытом кране и при наклонном, почти горизонтальном положении бюретки.

В момент отсчета показаний бюретки глаза экспериментатора должны находиться на уровне мениска (рис. 5). Объем бесцветных растворов отсчитывают по нижней части мениска (*a* и *в*), объем окрашенных - по верхней части (*г*). Удобнее всего наблюдать мениск на белом фоне, при этом он становится более резким. Для облегчения отсчета иногда используют приспособление в виде небольшого листа картона или бумаги, часть которого зачернена (*в*)



1, 3 - неправильное положение глаз, 2- правильное положение глаз

### Рисунок 5 (а и б). Отсчет показаний по бюретке

Картон помещают за бюреткой так, чтобы нижний край мениска был выше верхней линии зачерненной части на 1 или 2 мм. При этом мениск становится более темным. В некоторых бюретках задняя стенка снабжена продольной узкой синей полоской, нанесенной на молочно-белом стекле. При рассматривании мениска в этом случае полоса представляется в виде двух сходящихся конусов, между которыми находится нужное деление шкалы (рис 5,б).

При титровании спускать жидкость из бюретки следует медленно, капля за каплей, а не струей, чтобы жидкость не оставалась на стенках бюретки.

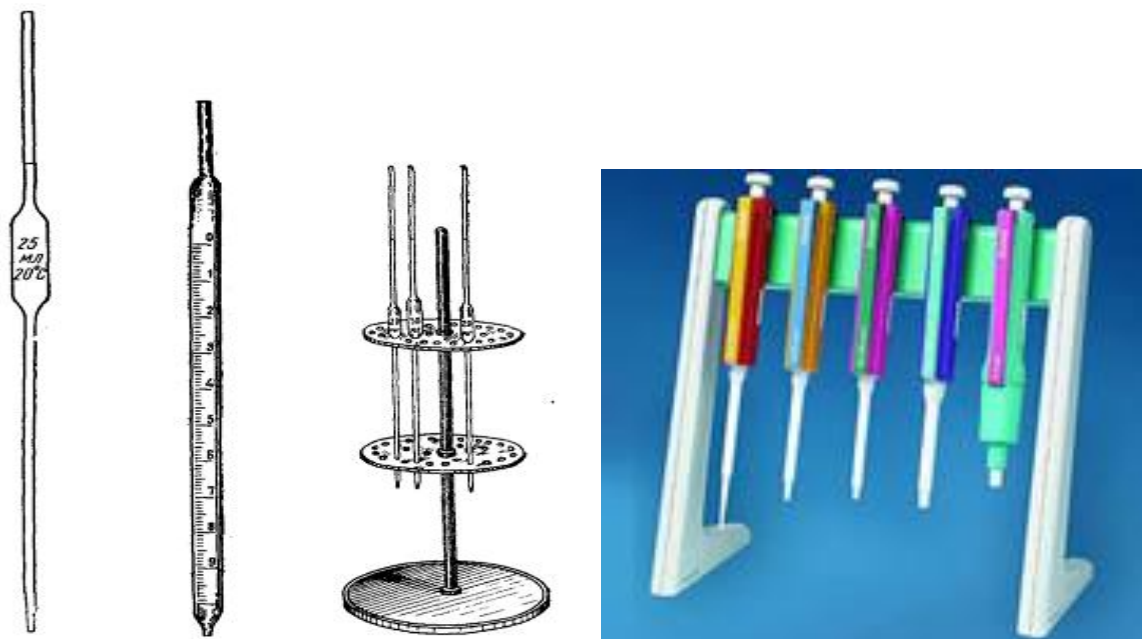


Объем расходуемого на титрование раствора не должен превышать емкость бюретки. Желательно, чтобы объем капли, вытекающей из бюретки, не превышал 0,02-0,03 мл для макробюреток и 0,01-0,015 мл для микробюреток. Чем меньше объем капли, тем точнее титрование. Иногда бывает полезно знать средний объем капли вытекающего из бюретки раствора.

Объем капли определяют следующим образом. Заполняют бюретку раствором как обычно, устанавливая уровень жидкости на ноль. Подставляют под бюретку колбу или стакан, очень медленно по каплям спускают жидкость из бюретки и считают капли. Отсчитав 100 капель, закрывают кран бюретки и измеряют объем израсходованного раствора. Замеренный объем жидкости делят на 100 и получают объем одной капли данного раствора. В некоторых случаях, зная объем капли, вносят соответствующие поправки при вычислении результатов титрования.

### *Пипетки*

Пипетки служат для отмеривания и переноса точного объема раствора из одного сосуда в другой. Пипетки бывают двух видов: цилиндрические и с расширением (рис. 6) емкостью 1-100 мл. Существуют еще микропипетки емкостью 0,1-0,2 мл.



**Рисунок 6. Виды пипеток.**

Цилиндрическая пипетка представляет собой узкий стеклянный цилиндр с делениями, соответствующими десятым или сотым долям миллилитра. Пипетка с расширением представляет собой узкую стеклянную трубку с расширением в средней части. На верхней части пипетки нанесена круговая черта, до которой полагается заполнять пипетку раствором, чтобы получить объем, соответствующий ее емкости. Пипетки с расширением более точны, чем цилиндрические.

*Проверка емкости пипетки.* Предварительно взвешивают на аналитических весах бюкс с крышкой. Затем набирают в пипетку дистиллированную воду (до черты) и переносят ее во взвешенный бюкс, который закрывают крышкой и снова взвешивают.

Вес воды в объеме пипетки находят по разности двух взвешиваний. Взвешивание воды повторяют 2-3 раза и берут среднее арифметическое из трех определений. По табл. 4 находят вес воды, который теоретически соответствует весу 1 л воды, определяемой при температуре опыта. Под-

считав отклонение истинного веса воды от теоретического, находят поправку в мл к номинальной емкости пипетки.

**Пример.** Номинальная емкость пипетки 25 мл, температура определяемой воды (воздуха) 25° С, давление 760 мм. рт. ст. Данные взвешивания воды:

1-е взвешивание	24,853 г
2-е       »	24,850 г
3-е       »	24,848 г
Средний вес . . . .	24,85 г

По табл. 4 вес 25 мл воды при 25° С должен быть равен  $996,18 \cdot 25 / 1000 = 24,904$  г

Высчитывают поправку в мл к номинальной емкости пипетки  $24,901 \text{ г} - 24,850 \text{ г} = 0,051 \text{ г} = 0,05 \text{ мл}$ , следовательно, истинный объем пипетки будет равен:  $25 \text{ мл} - 0,05 \text{ мл} = 24,95 \text{ мл}$

Истинную емкость пипетки записывают и пользуются ею при всех вычислениях.

Допустимые отклонения от номинальной емкости для пипеток без делений 1-го класса приведены в таблице 6.

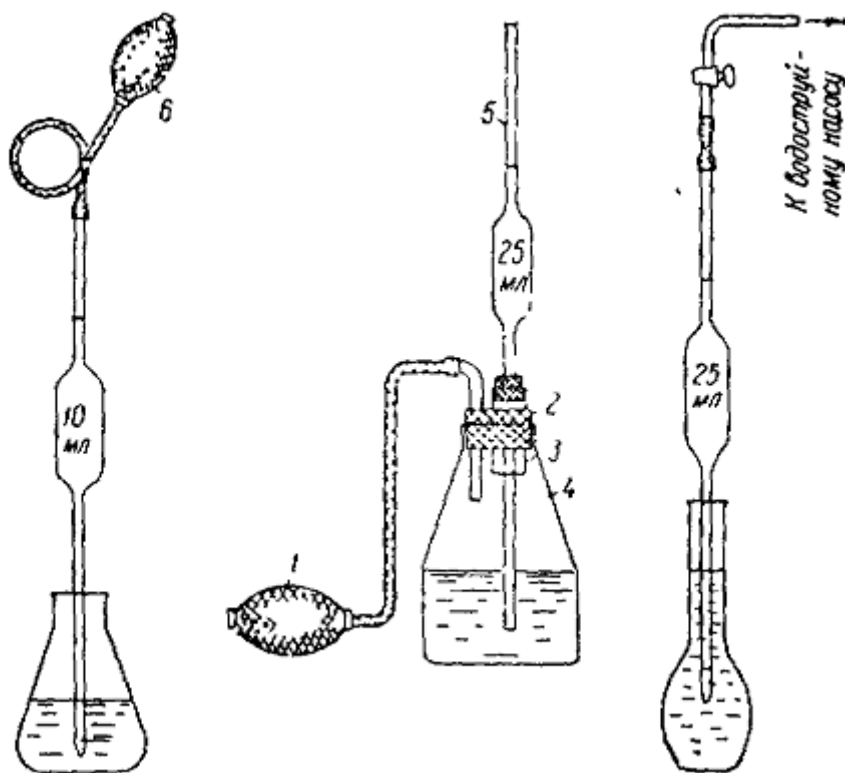
**Таблица 6**

**Допустимые отклонения от номинальной емкости для пипеток без делений 1-го класса**

Емкость пипетки, мл	2	5	10	25	50	100
Отклонение, мл	±0,005	±0,01	±0,02	±0,04	±0,05	±0,08

Если высчитанная поправка превышает допустимые отклонения, при пользовании такой пипеткой необходимо учитывать ее истинную емкость.

*Правила работы с пипетками.* Чтобы заполнить пипетку надо засосать в нее жидкость из сосуда с раствором. Для засасывания жидкости лучше всего пользоваться обычной отсасывающей грушей или медицинским шприцем. Засасывание жидкости ртом не рекомендуется. Для этой цели применяют и другие приспособления, из которых некоторые представлены на рис. 7. Засасывание ртом растворов вредных веществ, легко летучих и ядовитых, категорически воспрещается.



1 – резиновая нагнетательная груша; 2 – резиновая пробка; 3- стеклянная широкая трубка; 4 – сосуд с раствором; 5 – пипетка; 6 – резиновая отсасывающая груша

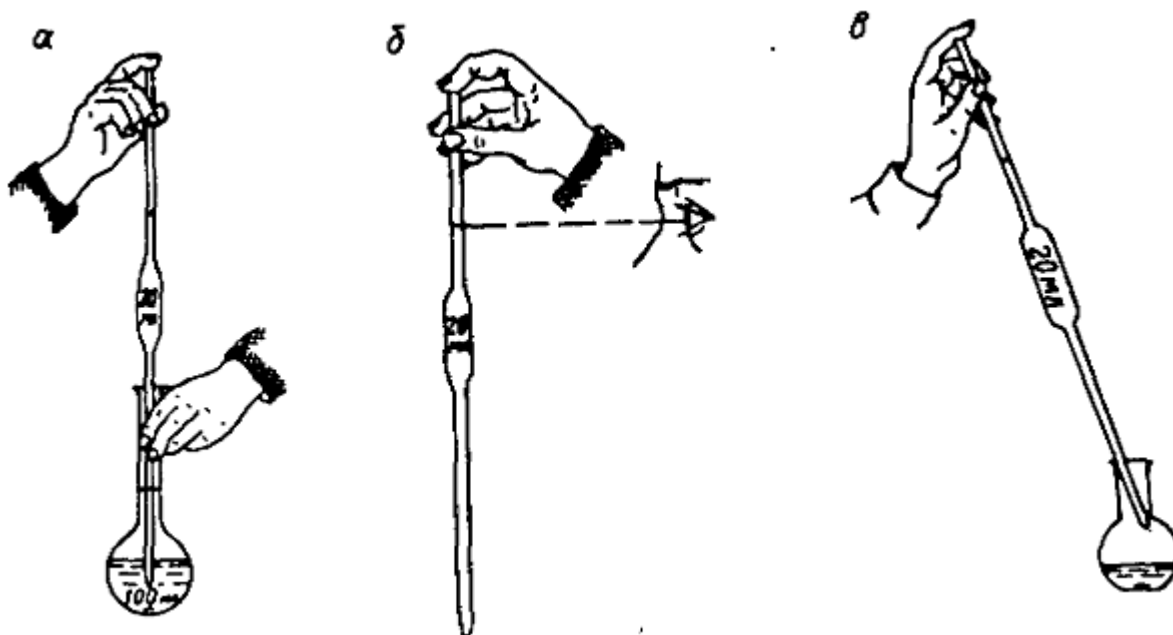
**Рисунок 7. Приспособление для заполнения пипеток.**

Для заполнения пипетки может быть использована обычная промывалка. Пипетку с помощью резиновой трубки присоединяют к той (длинной) трубке промывалки, из которой обычно выливается вода, воздух же всасывают через короткую трубку промывалки. При этом воздух из пипетки проходит сначала через промывалку, и поэтому вредные вещества не могут попасть в рот.

Другим простейшим приспособлением засасывания раствора в пипетку является водоструйный насос, соединенный с пипеткой через двухходовой стеклянный кран.

Набрав раствор в пипетку (любым из вышеуказанных способов) немного выше метки (на 2-3 см), верхний конец пипетки быстро и плотно зажимают указательным пальцем правой руки, слегка увлажнив палец (рис. 8, а)

Избыток жидкости медленно, по каплям сливают из пипетки, приоткрыв слегка верхнее ее отверстие, до совпадения мениска с чертой, при этом кольцевая черта на пипетке должна быть на уровне глаз (рис. 8, б), и снова закрывают отверстие пипетки пальцем. Затем пипетку переносят в сосуд, куда нужно внести соответствующий объем жидкости и, прикасаясь кончиком пипетки к внутренней стенке сосуда, отнимают указательный палец от верхнего отверстия и дают жидкости свободно вытечь (рис. 8, в). После опорожнения пипетки выжидают еще 15 сек и только после этого отнимают кончик пипетки от стенки сосуда. В кончике пипетки всегда остается небольшое количество жидкости. На это не обращают внимание, так как пипетка градуируется на вытекание, и та капля раствора, которая остается в пипетке, не входит в ее объем. Остаток жидкости из пипетки не следует ни выдувать, ни выжимать. Время вытекания раствора из пипетки не должно быть ни слишком быстрым, ни слишком медленным.



**Рисунок 8. Положение рук и глаз при отборе проб с помощью пипетки**

Согласно ГОСТ, продолжительность вытекания воды из пипеток без делений 1-го класса следующая (таблица 7).

**Таблица 7**

**Продолжительность вытекания воды из пипеток без делений 1-го класса**

Емкость пипетки, мл	5	от 10 до 25	от 50 до 100
Время вытекания воды из пипетки, сек	15-20	25-30	35-40

Пипетки хранят в специальных штативах (рис. 6) или в высоком цилиндре, на дно которого кладут немного ваты или фильтровальной бумаги.

Верхнее отверстие пипеток для предохранения от попадания пыли накрывают стеклянными или бумажными колпачками.

### *Мерные колбы*

Мерные колбы применяют и для приготовления растворов строго определенной концентрации и для точного отмеривания объемов растворов. Мерная колба представляет собой плоскодонный стеклянный сосуд с длинным узким горлом (шейкой), на котором в определенном месте нанесена кольцевая метка. Объем жидкости, вмещаемый колбой, выражают в миллилитрах. На колбе указывают ее емкость и температуру (обычно 20° С), при которой эта емкость измерена. При любой другой температуре объем воды, налитый до метки, будет больше или меньше обозначенного. Обычно мерные колбы калибруют на «вливание». Если из такой колбы, наполненной до метки, вылить воду, то объем последней будет несколько меньше фактической емкости колбы, так как часть воды задерживается на стенках колбы. Наоборот, при наполнении колбы до черты объем находящейся в ней жидкости точно соответствует действительной емкости колбы.

Иногда колбы калибруют на «вливание» и на «выливание» одновременно. В таком случае на шейке колбы наносят две черты, из которых верхняя соответствует номинальной емкости при выливании.

При наполнении колбы до верхней черты объем содержащегося в ней раствора несколько больше номинальной емкости, однако объем вылитого раствора будет в точности равен номиналу.

*Проверка емкости мерной колбы.* Емкость мерной колбы проверяют путем взвешивания на технических весах (с точностью до 0,01 г) воды, вмещаемой колбой. Для предотвращения ошибки, связанной с неравноплечностью технических весов, рекомендуют следующий порядок взвешивания.

Чистую сухую мерную колбу помещают на левую чашку весов. На эту же чашку ставят разновес, соответствующий весу воды в объеме калибруемой колбы. Затем уравнивают весы с помощью дроби или других

предметов. После этого колбу заполняют водой очищенной, имеющей температуру окружающего воздуха. Следят за тем, чтобы при заполнении колбы капли воды не остались на стенке горла колбы выше метки (капли воды снимают фильтровальной бумагой). Колбу с водой взвешивают, уравнивая весы снятием развеса с левой чашки. Вес воды в колбе равен весу разновесок, снятых с левой чашки весов. Определение повторяют 2-3 раза. Действительную емкость колбы вычисляют, пользуясь табл. 4 так же, как указано при калибровке пипеток. Если вес воды в колбе больше веса снятого развеса, то для уравнивания разновески добавляют на правую чашку весов.

Допустимые отклонения от номинальной емкости для мерных колб 1-го класса (на «вливание») следующие (таблица 8) [8].

**Таблица 8**

**Допустимые отклонения от номинальной емкости для мерных колб 1-го класса**

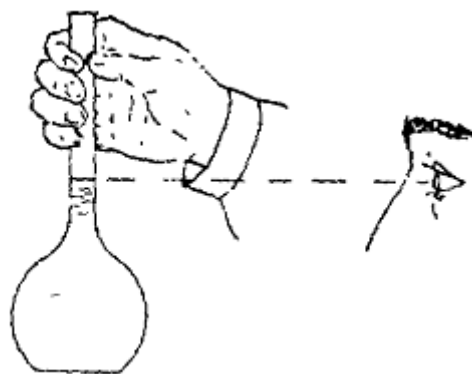
<b>Емкость колбы, мл</b>	<b>25</b>	<b>50</b>	<b>100</b>	<b>250</b>	<b>500</b>	<b>1000</b>	<b>2000</b>
<b>Отклонения, мл</b>	<b><math>\pm 0,03</math></b>	<b><math>\pm 0,05</math></b>	<b><math>\pm 0,10</math></b>	<b><math>\pm 0,10</math></b>	<b><math>\pm 0,15</math></b>	<b><math>\pm 0,30</math></b>	<b><math>\pm 0,50</math></b>

*Упрощенный способ проверки емкости колб.* В высушенную и охлажденную колбу вливают точно отмеренный объем воды с помощью проверенной пипетки; если нижний мениск жидкости не совпадает с чертой, наносят новую кольцевую метку.

*Правила работы с мерными колбами.* При приготовлении раствора соответствующую навеску вещества вносят в мерную колбу, которую предварительно заполняют на  $\frac{2}{3}$  или  $\frac{1}{2}$  растворителем. Содержимое колбы тщательно перемешивают до полного растворения вещества и доводят



уровень раствора до метки. Если при растворении вещества выделяется тепло, необходимо выждать, пока раствор охладится и только тогда доводят его до метки (при этом глаза наблюдателя должны находиться на одном уровне с меткой, см. рис. 9).



**Рисунок 9. Положение глаз при заполнении мерной колбы**

В мерных колбах не рекомендуется хранить приготовленный раствор и заполнять их растворами трудноотмывающихся веществ. Колбы не следует нагревать.

## **2.9. Подготовка исходных веществ, применяемых для установки титров растворов**

### **Натрий углекислый безводный (карбонат натрия) (х.ч.)**

Формула  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

Мол. вес 105,989

Растворимость в воде, %	6,63	11,20	17,80	29,0	33,2	32,2
-------------------------	------	-------	-------	------	------	------

Температура, оС	0	10	20	30	40	50
-----------------	---	----	----	----	----	----

Применяют для установки титра растворов кислот.

Продажный препарат предварительно прокаливают в платиновом тигле или чашке на песчаной бане или в электрической муфельной печи при 270-300 °С

до постоянного веса. Тигель погружают в песок так, чтобы снаружи песок доходил до высоты карбоната натрия в тигле. Во время нагревания перемешивают препарат платиновым шпателем или проволокой, которые оставляют в тигле во время нагревания и взвешивания. Тщательно следят за тем, чтобы температура не поднималась выше 300° С.

Для контроля полноты прокаливания навеску 0,15-0,25 г (на глаз) растворяют в воде, прибавляют 5-7 г х.ч. хлорида натрия, охлаждают до 0°С, прибавляют несколько капель раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором HCl до обесцвечивания раствора. Замечают показание на бюретке (а, мл), затем прибавляют 1 каплю метилового оранжевого и продолжают титрование до перехода желтой окраски раствора в розовую и замечают показания на бюретке от начала титрования (б, мл). Если отношение  $b/a > 2$ , это свидетельствует о том, что не весь бикарбонат превратился в карбонат, тогда прокаливание продолжают. При  $b/a = 2$  прокаливание можно считать законченным. После охлаждения в эксикаторе полученный безводный карбонат натрия ввиду его гигроскопичности сохраняют в банках с притертыми пробками.

Безводный карбонат натрия может быть получен также из бикарбоната натрия (х.ч.) путем прокаливания его в платиновой посуде в электрической муфельной печи или на песчаной бане при 270-300°С. Перевод бикарбоната натрия в карбонат может осуществляться и при более низкой температуре (150-180°С), но это происходит значительно дольше.

**Очистка технического продукта.** При отсутствии препаратов карбоната или бикарбоната натрия квалификации х.ч. можно использовать препараты квалификации ч.д.а. или техническую кальцинированную соду. Для этого из прокаленной (при 400-600° С в течение 1-2 ч) соды готовят насыщенный раствор (при 40°С), постепенно прибавляя соду в нагретую воду и перемешивая в течение 1-2 ч. Небольшое количество соды при этом должно оставаться нерастворенным. Приготовленный таким образом насыщенный раствор фильтруют через плотный фильтр, поддерживая температуру не ниже 40° С. Отфильтрован-

ный раствор при этой температуре должен быть совершенно прозрачным. Если нужно, фильтрование повторяют. Совершенно прозрачный фильтрат охлаждают проточной водой при непрерывном перемешивании (оставлять кристаллизоваться на ночь не следует, так как при этом выпадают крупные загрязненные кристаллы). Если кристаллы не выпадают, то бросают «затравку» - кристаллик чистой соды. Выпавшие мелкие кристаллы карбоната натрия, содержащие десять молекул воды, отсасывают, промывают небольшим количеством холодной воды и сушат на воздухе в кристаллизаторах (или в больших фарфоровых чашках), прикрываемых фильтровальной бумагой в сухом, хорошо проветриваемом помещении. Кристаллы легко выветриваются на воздухе и превращаются в белый порошок пятиводного, а затем одноводного карбоната натрия, содержащего 12-15% воды. Выветривание (потеря девяти молекул воды) происходит в течение 5-20 дней (в зависимости от толщины слоя препарата и температурных условий).

Для более быстрого обезвоживания карбоната натрия время от времени пробу препарата помещают в фарфоровом тигле в термостат. Если препарат не плавится, его можно сушить уже при 100 °С. Высушенный препарат прокаливают в электрической муфельной печи или на песчаной бане при 270-300 °С до постоянного веса.

### ***Испытание препарата на чистоту***

*Определение хлоридов.* 0,5 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  растворяют в 10 мл воды, прибавляют 4 мл  $\text{HNO}_3$  (1:3) и 1 мл 0,1 н. раствора  $\text{AgNO}_3$ . Образующаяся опалесценция не должна быть более той, которая получается от добавления 2 мл  $\text{HNO}_3$  (1:3) и 1 мл 0,1 н. раствора  $\text{AgNO}_3$  к 10 мл стандартного раствора хлорида натрия, содержащего 5 мг  $\text{NaCl}$  в 1 л раствора.

*Определение сульфатов.* 1 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  растворяют в 12 мл  $\text{HCl}$  (1:5), добавляют 1 мл 10% раствора  $\text{BaCl}_2$ . После стояния в течение 15 мин не должно выпадать осадка или мути.

*Определение калия.* 0,5 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  растворяют в 10 мл 2 н. уксусной кислоты, добавляют 1 мл раствора кобальтинитрита натрия и 10 мл спирта и оставляют на 5 мин. Не должно появляться мути.

Раствор кобальтинитрита натрия приготавливают следующим образом:

а) растворяют 50 г кристаллического  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  в 1 л воды и подкисляют 40 мл 4 н. раствора  $\text{HNO}_3$ ;

б) растворяют 300 г кристаллического  $\text{NaNO}_2$  в 1 л воды.

Раствор (а) вливают при перемешивании в раствор (б), оставляют на 24 ч и, если выпал осадок, фильтруют.

*Определение гидроокиси натрия.* 30 мл воды наливают в колбу из устойчивого стекла и кипятят в течение 2 мин. Затем прибавляют 2 г испытуемого  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  и закрывают колбу пробкой, в которую вставлена трубка с натронной известью. Немедленно после растворения соли к горячей жидкости приливают 25 мл 20% раствора  $\text{BaCl}_2$  и 2 капли 1% раствора фенолфталеина. После этого закрывают той же пробкой, взбалтывают и охлаждают. Если раствор окрасится, его титруют до обесцвечивания 0,01 н. раствором  $\text{HCl}$ . На титрование не должно расходоваться более 1 мл 0,01 н. раствора  $\text{HCl}$ , эквивалентного 0,02% едкого натра.

*Определение нерастворимых веществ.* 5 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  растворяют в 25 мл воды. Раствор должен быть совершенно прозрачным.

*Определение процентного содержания карбоната натрия и потерь при прокаливании.* Около 1 г препарата (с точностью до 0,0002 г) помещают в предварительно взвешенный платиновый тигель и устанавливают на песчаную баню так, чтобы уровень песка снаружи был не ниже уровня препарата в тигле и нагревают постепенно до 270-300 °С (поместив термометр в песок около тигля), затем прокаливают при той же температуре до постоянного веса. Потеря в весе не должна превышать 1 %.

Остаток, полученный после прокаливания, растворяют в 50 мл воды и титруют 0,5 н. раствором  $\text{HCl}$  и  $\text{H}_2\text{SO}_4$  в присутствии метилового оранжевого до перехода желтой окраски в оранжевую, затем нагревают раствор до кипения и ки-

пятят 2-3 мин (для удаления углекислого газа). После охлаждения, в случае появления вновь желтой окраски, продолжают титрование раствора до перехода желтой окраски в оранжевую. 1 мл 0,5н. раствора соответствует 0,0265 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Процентное содержание карбоната натрия (X,%) рассчитывают по формуле:

$$X = V \cdot K \cdot 0,0265 \cdot 100 / a$$

где V - объем 0,5 н. раствора кислоты, израсходованный на титрование, мл; K - коэффициент поправки раствора кислоты; a - навеска препарата, г.

Содержание  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  должно быть не менее 99,8%. Чистоту препарата можно еще проверить путем сравнения его с заведомо чистым карбонатом натрия (эталоном), производя параллельную установку титра обоими препаратами. Если результаты совпадают, препарат считают годным.

### **Натрий тетраборнокислый, тетраборат натрия (бура) (х.ч.)**

Формула  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

Мол. вес 381.37

Растворимость в воде, %	1,18	2,58	6,00	9,55	16,65
-------------------------	------	------	------	------	-------

Температура, °C	0	20	40	50	60
-----------------	---	----	----	----	----

Применяют для установки титра растворов кислот.

*Очистка препарата.* Если препарат не соответствует реактивной квалификации х. ч., он должен быть очищен. Продажный препарат буры перекристаллизуют из воды. Для перекристаллизации применяют воду освобожденную от  $\text{CO}_2$  путем кипячения в течение 30 мин. Прокипяченную воду сохраняют в сосудах, снабженных хлоркальциевыми трубками, заполненными натронной известью, или соединенных с промывной склянкой, содержащей раствор едкого натра или едкого кали.

Для перекристаллизации буры ее растворяют в 550 мл воды при 50-60° C (при более высокой температуре кристаллизуется  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), раствор фильтру-

ют и дают остыть до 25-30° С. При последующем энергичном помешивании раствора происходит кристаллизация буры. Образующиеся кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, снова растворяют и перекристаллизовывают. Затем полученные кристаллы сушат между листами фильтровальной бумаги до тех пор, пока они перестанут прилипать к стеклянной палочке (в атмосфере с относительной влажностью 70%).

*Примечание.* Если относительная влажность атмосферы не соответствует 70%, можно заменить сушку на воздухе сушкой в эксикаторе, заполненном насыщенным раствором бромида натрия или насыщенным раствором хлорида натрия и сахара.

В случаях сомнения в отношении квалификации препарата его проверяют на чистоту.

### ***Испытания на чистоту***

*Определение нерастворимых веществ.* Растворяют 5 г  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  в 46 мл воды. Раствор должен быть прозрачным и бесцветным.

*Определение хлоридов.* 0,5 г препарата растворяют при нагревании в 10 мл воды. После охлаждения раствор фильтруют через тщательно промытый горячей водой фильтр. К фильтрату добавляют 2 мл  $\text{HNO}_3$  (1:3) и 1 мл 0,1 н. раствора  $\text{AgNO}_3$ . Образующаяся опалесценция не должна быть более той, которая получается от добавления 2 мл  $\text{HNO}_3$  (1:3) и 1 мл 0,1 н. раствора  $\text{AgNO}_3$  к 10 мл стандартного раствора хлорида натрия, содержащего 5 мг  $\text{NaCl}$  в 1 л раствора.

*Определение сульфатов.* 1 г  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  растворяют в 8 мл воды и 4 мл  $\text{HCl}$  (1:5). В случае неполноты растворения осадок отфильтровывают. К фильтрату добавляют 1 мл 10% раствора  $\text{BaCl}_2$ . Оставляют стоять 15 мин; при этом не должно выделяться осадка или мути.

*Определение кальция.* 0,5 г  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  растворяют при нагревании в 10 мл воды. После охлаждения раствор фильтруют через промытый горячей водой фильтр. К фильтрату добавляют 5 мл 10% раствора  $\text{NH}_4\text{Cl}$  и 2 мл 4% раствора

$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  и нагревают до кипения. Раствор должен быть совершенно прозрачным.

*Определение магния.* 0,5 г  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  растворяют при нагревании в 10 мл воды. После охлаждения раствор фильтруют. К фильтрату добавляют 1 мл 10% раствора  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  и 2 мл раствора  $\text{NH}_4\text{OH}$  (1:1). Не должно выделяться микрокристаллического осадка в течение 24 ч.

*Определение калия.* 0,5 г  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  растворяют в 5 мл воды и 5 мл 4 н. раствора уксусной кислоты, добавляют 1 мл раствора кобальтинитрита натрия и 10 мл спирта. В течение 5 мин не должно появляться мути.

*Определение содержания воды.* 10 г  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  высушивают в платиновом тигле сначала на водяной бане, потом примерно при  $200^\circ\text{C}$  (на песчаной бане) и, наконец, в электрической муфельной печи при  $700\text{--}800^\circ\text{C}$ . При этом должно теряться в весе не более  $4,722 \pm 0,001$  г. Каждый миллиграмм отклонения от этой величины соответствует 0,01% избытка или недостатка влаги. При недостаточном количестве буры навеску можно уменьшить до 0,5 г. При этом потеря в весе должна быть не выше  $0,2361 \pm 0,0002$  г. 0,2 мг отклонения от этой величины соответствуют 0,06%) избытка или недостатка влаги.

Чистоту препарата можно также проверять последующей перекристаллизацией его. Если результаты по установке титра по дважды и трижды перекристаллизованной буре совпадают, практически реактив можно считать чистым.

Испытанием на чистоту может также служить параллельная установка титра по испытуемому образцу буры и по ранее проверенному чистому образцу (эталону). Совпадение результатов устанавливаемого титра свидетельствует о чистоте реактива.

### **Янтарная кислота (х.ч. или ч.д.а.)**

Формула  $\text{C}_4\text{H}_5\text{O}_4$

Мол. вес 118,09

Применяют для установки титра растворов щелочей.

Если препарат не соответствует указанной квалификации, он должен быть очищен.

*Очистка препарата.* 100 г реактива растворяют при кипячении в 165 мл воды, раствор фильтруют через воронку с обогревом. Фильтрат помешивают до охлаждения раствора, выделившиеся кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера и снова растворяют и перекристаллизовывают. Затем кристаллы сушат между листами фильтровальной бумаги до тех пор, пока они перестанут прилипать к стеклянной палочке. После очистки препарат должен быть проверен на содержание в нем янтарной кислоты и на температуру плавления.

### ***Испытание препарата на чистоту***

*Определение содержания янтарной кислоты.* Около 1 г янтарной кислоты взвешивают с точностью до 0,0002 г, растворяют в 50 мл воды (не содержащей  $\text{CO}_2$ ) в конической колбе емкостью 250 мл и титруют 0,5 н. раствором NaOH в присутствии 1% спиртового раствора фенолфталеина до не исчезающего слабо-розового окрашивания. Процентное содержание янтарной кислоты X вычисляют по формуле:

$$X = V \cdot K \cdot 0,029522 \cdot 100 / a$$

где V-объем 0,5 н. раствора NaOH, израсходованный на титрование, мл; K - коэффициент поправки 0,5 н. раствора NaOH; a - навеска испытуемого препарата, г; 0,029522 - количество янтарной кислоты, соответствующее 1 мл точно 0,5 н. раствора NaOH, г.

Содержание янтарной кислоты для препаратов х.ч. и ч.д.а. не менее 99,9%, для ч. - не менее 99,7%.

*Определение температуры плавления.* Небольшое количество тонко растертой янтарной кислоты помещают в стеклянный капилляр с внутренним диаметром около 1 мм и длиной 4,5-5,0 см. Наполненный капилляр несколько раз бросают в стеклянную трубку высотой 80 см и диаметром примерно 2 см, поставленную вертикально (для уплотнения содержимого его до 2-3 мм высоты). Затем прикрепляют капилляр к укороченному термометру с ценой деления



0,2°C так, чтобы столбик вещества находился на середине ртутного резервуара термометра. Термометр с прикрепленным к нему капилляром помещают в прибор для определения температуры плавления, заполненный серной кислотой, которая нагрета до 172 °С. Нагревание продолжают так, чтобы температура жидкости повышалась на 1°C в минуту. Началом плавления считают момент появления в капилляре мениска, а концом - момент полного расплавления препарата.

*Примечание.* Если определение производят с неукороченным термометром, то к показанию термометра прибавляют поправку  $\Delta t$  на высоту выступающего над пробкой столбика ртути. Поправку  $\Delta t$  вычисляют по формуле:

$$\Delta t = 0,00016 h (t_1 - t_2)$$

где  $h$  - высота выступающего над пробкой столбика ртути, выраженная в делениях шкалы термометра;  $t_1$  - наблюдаемая температура плавления, °С;  $t_2$  - температура окружающего воздуха вблизи середины столбика ртути, выступающего над пробкой, измеряемая вторым термометром, °С. Температура плавления для препарата х.ч. и ч.д.а. должна быть в пределах 183,5-184,5°C а для ч. 182-185° С.

### **Сульфаминовая кислота (ч.)**

Формула  $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$

Мол. вес 97,09

Применяют для установки титра растворов щелочей и нитрита натрия.

*Очистка технического продукта.* 125 г сульфаминовой кислоты растворяют в 300 мл воды, предварительно нагретой до 70 °С и полученный раствор 3 раза фильтруют. При каждом фильтровании температура раствора несколько снижается, вследствие чего выделяются кристаллы, которые отбрасывают. Наконец, быстро охлаждают фильтрат в смеси льда с NaCl и оставляют на 20 мин. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера и промывают вначале небольшим количеством ледяной воды, потом дважды холодным спир-

том, и, наконец, эфиром. Дают эфиру испариться на воздухе и окончательно досушивают кислоту в сушильном шкафу при 100° С. Реактив хранят в склянках с притертыми пробками.

#### **Калий фталевокислый кислый (бифталат калия) (ч.д.а.)**

Формула  $C_8H_5O_4K$

Мол. вес 204,23

Применяют для установки титра раствора хлорной кислоты.

*Очистка препарата.* 50 г препарата растворяют в 100 мл воды. Кристаллизацию ведут при температуре не ниже 25° С, так как при более низкой температуре образуются кристаллы трифталата калия (более кислой соли). Полученные кристаллы сушат до постоянного веса при 110-115° С.

#### **Йод металлический (кристаллический) (ч.д.а.)**

Формула  $I_2$

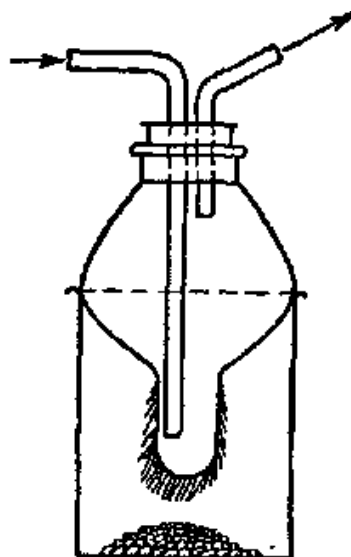
Мол. вес 253,8

Растворимость в воде 0,0181% при 10° С

Применяют для установки титра раствора  $Na_2S_2O_3$ .

*Очистка препарата.* Продажный препарат ввиду его возможной загрязненности хлором или бромом всегда подвергают очистке. Для этого 5-6 вес.ч.  $I_2$  растирают в агатовой ступке с 2 вес.ч.  $CaO$  и 1 вес. ч.  $KI$  (если нет агатовой ступки, можно пользоваться фарфоровой). При этом хлор и бром взаимодействуют с иодидом калия с образованием хлорида и бромида калия и выделением эквивалентного количества йода. Смесь переносят в тонкостенный, сухой, хорошо очищенный стакан без носика емкостью 300 мл.

Стакан накрывают кристаллизатором, в качестве которого может быть использована круглодонная колба, фарфоровая чашка или специальный сосуд (рис. 10) Для охлаждения возогнанного иода кристаллизатор заполняют льдом, снегом или водой (через трубку, присоединенную к водопроводному крану).



**Рисунок 10. Приспособление для возгонки йода.**

Стакан помещают на песчаную баню и осторожно нагревают. Если нагрев сильный и йод не успевает охлаждаться, подогрев прекращают. По мере таяния льда в кристаллизаторе или разогревания воды в нем, добавляют новые порции льда или пускают свежую струю воды. Йод быстро возгоняется и осаждается в виде больших пластинчатых кристаллов (легко отстающих от дна кристаллизатора при легком встряхивании). Возогнанный йод собирают в банку с притертой пробкой. Возгонка считается законченной, когда в стакане совсем исчезают фиолетовые пары.

Перед непосредственной установкой титра повторяют возгонку йода второй раз, но уже без добавления йодида калия. Собирают кристаллы йода на часовое стекло и помещают в эксикатор над едким кали. Крышка эксикатора не должна быть смазана жиром (можно протереть тальком), так как жир взаимодействует с парами йода, и образуется йодистоводородная кислота. Последняя загрязняет йод. Йод сушат в эксикаторе в течение суток.

### **Калий двуххромовокислый (бихромат калия) (х.ч.)**

Формула  $K_2Cr_2O_7$

Мол. вес 294,19

Растворимость в воде, %      4,43   11,10   20,60   31,2   41,1   50,5

Температура, °С	0	20	40	60	80	100
-----------------	---	----	----	----	----	-----

Применяют для установки титра растворов восстановителей, например тиосульфата натрия, хлорида титана и др.

*Очистка препарата.* Продажный химически чистый препарат перекристаллизовывают из воды 2-3 раза. Для этого 100 г соли растворяют в 150 мл кипящей воды и при энергичном размешивании выливают раствор тонкой струей в фарфоровую чашку. По охлаждении кристаллы отфильтровывают на воронке с пористой стеклянной пластинкой, сушат 2-3 ч при 100-105° С, измельчают и высушивают окончательно при 150-200° С в течение 10-12 ч до постоянного веса .

*Испытание препарата на чистоту.* В сомнительных случаях реактив проверяют на чистоту (если позволяет количество реактива), либо путем сравнения результатов установки титра тиосульфата натрия по образцу бихромата калия трижды перекристаллизованного с образцом препарата дважды перекристаллизованного, либо путем сравнения установки титра тиосульфата натрия по испытуемому образцу бихромата калия и по заведомо чистому, ранее проверенному образцу (эталоны). Получение равнозначных результатов свидетельствует о пригодности реактива для установки титра.

### **Гидразин сернокислый (сульфат гидразина) (ч.д.а.)**

Формула  $N_2H_4 \cdot H_2SO_4$

Мол. вес 130,12

Растворимость в воде, %	2,794	3,302	3,987	6,538	10,495	12,580
-------------------------	-------	-------	-------	-------	--------	--------

Температура °С	20	25	40	50	70	80
----------------	----	----	----	----	----	----

Применяют для установки титра раствора йодата калия

*Очистка препарата.* Сульфат гидразина перекристаллизовывают из горячей воды (70-80° С) и высушивают в сушильном шкафу при 110-120° С. В сомнительных случаях препарат должен быть проверен на чистоту.

*Испытание препарата на чистоту*

*Определение содержания гидразина.* Около 1 г истертого в порошок препарата взвешивают с точностью до 0,0002 г, помещают в мерную колбу емкостью 100 мл и растворяют в воде при нагревании; по растворении охлаждают, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. 10 мл полученного раствора переносят в коническую колбу емкостью 250 мл, прибавляют 15 мл воды, 1 г  $\text{NaHCO}_3$  х.ч. и титруют 0,1 н. раствором  $\text{I}_2$  без индикатора до появления не исчезающей в течение 5 мин желтой окраски. Процентное содержание сульфата гидразина X вычисляют по формуле:

$$X = K_1 \cdot V \cdot 0,003253 \cdot 10 \cdot 100 / a$$

где V — количество 0,1 н. раствора  $\text{I}_2$ , израсходованного на титрование, мл;  $K_1$  - коэффициент поправки раствора иода; a - навеска сульфат гидразина, г; 0,003253 - количество сульфата гидразина, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора  $\text{I}_2$ , г.

В препарате ч. д. а. должно быть не менее 98,5% сульфата гидразина.

*Определение содержания свободной серной кислоты.* Около 2 г растертого в порошок препарата взвешивают с точностью до 0,0002 г, растворяют при нагревании в 100 мл воды в конической колбе емкостью 250 мл и по охлаждении титруют 0,2 н. раствором  $\text{NaOH}$ , применяя в качестве индикатора раствор метилового оранжевого. Процентное содержание свободной серной кислоты X вычисляют по формуле:

$$X_1 = (V \cdot K_1 \cdot 0,06507 \cdot 100 / a) - (X \cdot 0,3768)$$

где V- количество 0,5 н. раствора  $\text{NaOH}$ , израсходованное на титрование, мл;  $K_1$  - коэффициент поправки едкого натра; a - навеска препарата, г; 0,06507 - количество сульфата гидразина, соответствующее 1 мл точно 0,5 н. раствора  $\text{NaOH}$ , г; X - содержание  $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ , %;

0,3768—коэффициент пересчета с сульфата гидразина на серную кислоту.

Допустимо содержание кислоты в препарате ч.д.а. не более 1,88%.

### **Натрий щавелевокислый (оксалат натрия) (х.ч.)**

Формула  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Мол. вес 134,00

Растворимость в воде, %    2,77   3,12   3,30   3,47   5,54

Температура, °C                10     15     20     25     80

Применяют для установки титра раствора перманганата калия.

*Очистка препарата.* При отсутствии реактивного препарата марки х.ч. соль подвергают очистке. Для этого препарат растворяют в минимальном количестве воды, слегка подщелачивают раствор и дают ему постоять, пока не осядут все нерастворимые вещества, например оксалат кальция. Затем раствор фильтруют, и прозрачную жидкость выпаривают до 1/10 ее первоначального объема. При этом выделяются кристаллы оксалата натрия. Оксалат калия и другие примеси остаются в растворе. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают, растирают в порошок и промывают несколько раз водой. Процесс этот повторяют до тех пор, пока маточный раствор не будет получаться прозрачным, свободным от сульфатов и практически нейтральным по фенолфталеину. Двух перекристаллизаций обычно бывает достаточно.

Для получения безводного продукта рекомендуется соль сушить при 240-250° С. После такой сушки препарат может снова набрать гигроскопической влажности, но не более 0,01%.

### ***Испытание препарата на чистоту***

*Определение влаги.* Около 10 г препарата взвешивают с точностью до 0,0002 г и сушат при 105-110° С до постоянного веса. Потеря в весе не должна превышать 1 мг (0,01%).

*Определение кальция.* 3 г препарата растворяют в 100 мл воды. Раствор должен быть прозрачным.

*Определение калия.* 0,5 г  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  при осторожном нагревании превращают в карбонат, его растворяют в 5 мл воды и фильтруют. К фильтрату приливают 5 мл 4 н. раствора  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 1 мл раствора кобальтинитрита натрия и 10 мл 96%-ного спирта. В течение 5 мин не должна появляться муть.

*Определение органических примесей.* Чистую пробирку нагревают докрасна и охлаждают. Затем в нее вводят 1 г  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  и 10 мл концентрированной  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Сначала нагревают осторожно, пока выделяются газы, потом сильнее до начала кипения. Параллельно проводят холостой опыт без оксалата натрия. После охлаждения сравнивают цвет полученного раствора с цветом раствора в глухом опыте. Допустим лишь бледно-коричневый оттенок.

*Определение щелочных и кислых примесей.* К 60 мл воды прибавляют 2 капли 1% раствора фенолфталеина и кипятят в течение 2 мин в колбе из жаростойкого стекла. Затем добавляют 2 г  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  и кипятят еще 1 мин. Колбу закрывают пробкой с хлоркальциевой трубкой, заполненной натронной известью, и охлаждают до комнатной температуры. Если раствор окрашен (от фенолфталеина), его титруют до обесцвечивания 0,01 н. раствором  $\text{HCl}$  (или  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ); если раствор бесцветен, его титруют до розового окрашивания 0,01 н. раствором  $\text{NaOH}$ . На титрование раствора должно расходоваться не более 0,5 мл 0,01 н. раствора  $\text{HCl}$  или 0,4 мл 0,01 н. раствора  $\text{NaOH}$ .

*Примечание.* Если при испытаниях на чистоту препарат окажется более влажным, он может быть использован для установки титра перманганата калия после предварительного высушивания при 240-250° С.

Так же, как и в других реактивах, испытанием на чистоту может служить параллельная установка титра 0,1 н. раствора  $\text{KMnO}_4$  по испытуемому образцу и по заведомо чистому (эталону). Получение аналогичных результатов подтверждает чистоту препарата.

### **Щавелевая кислота (х.ч.)**

Формула  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Мол. вес 126,07

Применяют в качестве восстановителя (например, при перманганатометрических титрованиях).

Если препарат не соответствует указанной квалификации, его подвергают очистке.

*Очистка препарата.* К 100 г  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  прибавляют 150 мл горячей воды и нагревают на плитке с асбестом до полного растворения ее, при непрерывном помешивании стеклянной палочкой. Горячий раствор фильтруют через воронку горячего фильтрования (воронку с обогревом). Если при фильтровании раствора в воронке произойдет кристаллизация, то кристаллы растворяют в небольшом объеме горячей воды и затем фильтрат упаривают до первоначального объема. стакан с профильтрованным насыщенным раствором щавелевой кислоты помещают для охлаждения в кристаллизатор, наполненный холодной водопроводной водой, и перемешивают; после начала кристаллизации скорость перемешивания увеличивают. По охлаждении раствора перемешивание продолжают еще 10 мин.

Выделившиеся кристаллы отделяют от маточного раствора фильтрованием через воронку Бюхнера с помощью водоструйного насоса. Затем кристаллы сушат между листами фильтровальной бумаги до тех пор, пока они не перестанут прилипать к стеклянной палочке или не будут отставать от нее при легком постукивании. После этого продолжают высушивание на воздухе еще 0,5 ч, рассыпав кристаллы тонким слоем на листе фильтровальной бумаги.

Полученную таким образом кислоту хранят в склянках с притертыми пробками.

### **Натрий хлористый (хлорид натрия) (х.ч.)**

Формула  $\text{NaCl}$

Мол. вес 58,44

Растворимость в воде, %	26,21	26,32	27,65	27,99	28,38
-------------------------	-------	-------	-------	-------	-------

Температура, °C	0	10	80	90	100
-----------------	---	----	----	----	-----



Применяют для установки титра растворов нитрата серебра и нитрата закисной ртути.

*Очистка препарата.* Продажный препарат марки х.ч. предварительно высушивают в фарфоровом тигле или чашке в муфельной печи при 500-600° С. При отсутствии препарата квалификации х.ч. хлорид натрия получают осаждением его из насыщенного профильтрованного раствора продажной чистой соли с помощью концентрированной соляной кислоты или газообразного HCl. Осажденную соль отфильтровывают, промывают соляной кислотой (плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>), высушивают, растирают в порошок и нагревают при 500-600° С до постоянного веса. Сохраняют в склянках с хорошо притертыми пробками. При хранении препарат может набрать гигроскопической влажности не более 0,01%. В сомнительных случаях проверяют чистоту реактива.

***Испытание препарата на чистоту.***

*Определение влажности.* Навеску NaCl берут в количестве 10 г в фарфоровый тигель или чашку и осторожно прокаливают до 500-600° С. Потеря в весе должна быть не более 1 мг (0,01%).

*Определение свободной соляной кислоты.* 1 г NaCl растворяют в 10 мл воды, добавляют 1-2 капли раствора метилового красного. Раствор должен показывать промежуточную окраску индикатора (оранжево-желтую). При этих условиях в испытуемой соли будет не более 0,002% HCl.

*Определение сульфатов.* 1 г NaCl растворяют в 10 мл воды, добавляют 0,5 мл HCl (1:5) и 1 мл 10% раствора BaCl<sub>2</sub> и оставляют на 15 мин. Не должно получаться осадка или мути.

*Определение калия.* 0,5 г NaCl растворяют в 10 мл воды, добавляют к раствору 1 мл раствора кобальтинитрита натрия и 10 мл 96%-ного спирта. Муть не должна появляться в течение 10 мин.

*Определение кальция, бария, магния.* 0,1 г NaCl растворяют в 10 мл воды. Затем добавляют 0,4 мл 2 н. раствора Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> и 2 капли 4 н. раствора NaOH, после

чего кипятят в течение нескольких минут. При рассматривании охлажденного раствора на черном фоне не должно наблюдаться ни осадка, ни опалесценции.

*Определение бромидов и иодидов.* 0,1 г NaCl растворяют в 5 мл воды, прибавляют одну каплю 0,1% раствора флуоресцеина в спирте и 1 каплю хлорной воды (или 1% раствора гипохлорита натрия или 1% раствора хлорамина Т). Сейчас же добавляют раствор аммиака до щелочной реакции. В проходящем свете на белом фоне раствор должен быть зеленым, без малейшего розового оттенка от образования эозина.

Так же, как и в других реактивах, испытанием на чистоту может служить параллельная установка титра раствора нитрата серебра или нитрата закисной ртути по заведомо чистому эталону и по испытываемому образцу.

Аналогичные результаты подтверждают чистоту препарата.

### **Цинк сернокислый (сульфат цинка) (х.ч.)**

Формула  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Мол. вес 287,54

Растворимость в воде, %	29,4	33,4	36,6	43,1	44,1
-------------------------	------	------	------	------	------

Температура, °C	0	15	25	50	100
-----------------	---	----	----	----	-----

Применяют для установки титра растворов трилона Б и желтой кровяной соли (после перекристаллизации из водного раствора).

### **Кальций углекислый (карбонат кальция) (х.ч.)**

Формула  $\text{CaCO}_3$

Мол. вес 100,09

Препарат очень плохо растворим в воде.

Применяют для установки титра раствора трилона Б.

*Очистка препарата.* При отсутствии реактивного препарата х.ч. готовят его следующим образом: 100 г  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  растворяют в 200 мл воды и

47 г  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  в 200 мл воды. К каждому из растворов прибавляют по 10 мл другого. Растворы фильтруют от осадков и оба фильтрата медленно при перемешивании сливают с одинаковой скоростью в стакан с 200 мл воды. Дают отстояться и проверяют полноту осаждения, добавляя в случае необходимости еще немного  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ . Осадок  $\text{CaCO}_3$  отфильтровывают и промывают медленным током дистиллированной воды до полного удаления иона  $\text{NO}_3$  (проба с дифениламином), на что идет около 1,5 л воды. Промытый  $\text{CaCO}_3$  сушат при  $110^\circ \text{C}$ . Выход препарата 36 г с содержанием 99,96%  $\text{CaCO}_3$ .

**Квасцы железо-аммонийные (железо-аммиачные квасцы, двойная соль сернокислого аммония и окисного сернокислого железа) (х.ч.)**

Формула  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$

Мол. вес 964,39

Растворимость в воде 25% при  $15^\circ \text{C}$

Применяют для приготовления стандартного раствора при установке титра трилона Б и для приготовления индикатора при аргентометрическом титровании.

*Очистка препарата.* Готовят насыщенный при нагревании раствор квасцов (120г в 100 мл воды, подкисленной 3-5 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>), содержащей 1 мл пергидроля. Раствор фильтруют и охлаждают при помешивании. Если выпадение кристаллов долго не наблюдается, прибавляют «затравку» в виде кристаллика чистых квасцов. Полученные кристаллы отфильтровывают, промывают небольшим количеством воды, затем спиртом и сушат между листами фильтровальной бумаги. Кристаллы должны иметь светло-фиолетовый цвет. Препарат хранят в хорошо закрытых банках с пришлифованными пробками.

**Кислота сульфаниловая безводная (ч.д.а.)**

Формула  $\text{C}_6\text{H}_4(\text{NH}_2) \cdot (\text{SO}_3\text{H})$

Мол вес 173,19

Применяют для установки титра раствора нитрита натрия.

*Очистка препарата.* Сульфаниловую кислоту ч.д.а. дважды перекристаллизовывают из кипящего водного раствора и сушат в сушильном шкафу в течение 2 ч при 120° С до постоянного веса. (Растворимость сульфаниловой кислоты в 100 г воды: 0,8 г при 10° С и 6,6 г при 100° С) Затем ее растирают в ступке в мелкий порошок и снова сушат при 140° С до постоянного веса. При отсутствии сульфаниловой кислоты требуемой квалификации ее можно получить из технической.

*Очистка технической сульфаниловой кислоты.* Техническую соль сульфаниловой кислоты (сульфанилат натрия) трижды перекристаллизовывают из кипящего водного раствора, причем каждый раз в горячий раствор вносят активированный уголь, кипятят раствор с углем, а затем фильтруют и охлаждают. Кристаллы сульфанилата после третьей кристаллизации растворяют в дистиллированной воде и прибавляют к раствору соляную кислоту до кислой реакции по бумаге конго. При этом выпадает осадок сульфаниловой кислоты. Его отфильтровывают на воронке Бюхнера, хорошо отжимают и промывают холодной водой. Полученную кислоту перекристаллизовывают 2-3 раза из большого объема дистиллированной воды (первую кристаллизацию ведут в присутствии активированного угля), отфильтровывают, промывают холодной водой и сушат до постоянного веса при 110° С. Чистая сульфаниловая кислота должна иметь совершенно белый цвет.

#### ***Испытание препарата на чистоту***

а) При сжигании 10 г сульфаниловой кислоты в платиновом тигле с последующим прокаливанием до постоянного веса вес остатка не должен превышать 1 мг.

б) Потери при высушивании 10 г сульфаниловой кислоты в сушильном шкафу при 120° С до постоянного веса не должны превышать 1 мг.

в) Раствор 1 г сульфаниловой кислоты в 10 мл дистиллированной воды и 2 мл концентрированной  $\text{HNO}_3$  х. ч. не должен давать опалесценции при прибавлении 1 мл 0,1 н. раствора  $\text{AgNO}_3$ .

г) Раствор 1 г сульфаниловой кислоты в 10 мл дистиллированной воды, подкисленной 5 каплями концентрированной  $\text{HCl}$  х.ч., не должен давать мути при прибавлении 5 капель 5% растворов  $\text{BaCl}_2$ .

Приготовленную и испытанную сульфаниловую кислоту хранят в стеклянной банке с притертой пробкой.

### **Анилин (ч.д.а.)**

Формула  $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$

Мол. вес 93,12

Температура кипения  $184,4^\circ \text{C}$

Применяют для установки титра раствора нитрита натрия.

Анилин перед употреблением должен быть высушен и перегнан. В склянку с анилином бросают едкую щелочь ( $\text{KOH}$  или  $\text{NaOH}$ ) в таком количестве, чтобы по окончании сушки оставались нерасплывшиеся кусочки. (Большого избытка щелочи давать не следует, так как это ведет к ненужным потерям анилина и щелочи.) Продукт оставляют на 15-20 ч (обычно на ночь), декантируют или фильтруют и 3 раза перегоняют в колбе с воздушным холодильником, отбирая фракцию, кипящую в пределах  $0,5^\circ \text{C}$  в интервале температур  $184-184,5^\circ \text{C}$ .

## **2.10. Примеры расчетов при приготовлении титрованных растворов по ГФ**

**Пример 1. Приготовить 100 мл 0,1 М раствор кислоты хлористоводородной и привести его к заданной концентрации.**

Титрованный раствор кислоты хлористоводородной используют для количественного определения оснований, а также некоторых солей органических и неорганических кислот.

Расчет объема кислоты хлористоводородной концентрированной (плотность 1,19; концентрация 37%), необходимого для приготовления 100 мл 0,1 М раствора кислоты хлористоводородной.

Фактор эквивалентности хлороводорода в реакциях кислотно-основного титрования равен 1. Титр 0,1 М раствора равен:

$$T = 0,1 \cdot 36,46 / 1000 = 0,003646 \text{ г/мл}$$

Значение Т используют для расчета количества хлороводорода в г на заданный объем приготавливаемого титрованного раствора. Затем рассчитывают массу (г) кислоты хлористоводородной концентрированной и переводят массу в объем (мл) с учетом плотности (ρ). Расчет количества хлороводорода для приготовления 100 мл раствора:

$$a = T \cdot V = 0,003646 \cdot 100 = 0,3646 \text{ г}$$

*Расчет массы 37% кислоты хлористоводородной (X) в г:*

$$X = 0,3646 \cdot 100 / 37 = 0,98 \text{ г}$$

*Переведение массы (г) в объем (мл) с учетом плотности:*

$$V = m/\rho = 0,98/1,19 = 0,82 \text{ мл}$$

При приготовлении титрованного раствора берется объем кислоты хлористоводородной концентрированной более рассчитанного, т.е. 0,85 мл.

*Приготовление 0,1 М титрованного раствора кислоты хлористоводородной.*

Рассчитанный объем кислоты хлористоводородной концентрированной (0,85 мл) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем кислоты водой до метки. Раствор тщательно перемешивают.

*Установление титра приготовленного раствора.*

Около 0,15 г (точная масса) карбоната натрия растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором кислоты хлористоводородной до появления розовато-оранжевого окрашивания (индикатор - метиловый оранжевый). Молярность раствора вычисляют по первому способу.



Для расчета используют следующие данные:

$$f_{\text{экв}} \text{Na}_2\text{CO}_3 = 1/2;$$

$$\mathcal{E} = f_{\text{экв}} * M_{\text{м.}} = 1/2 \times 106,0 = 53,0 \text{ г/моль}$$

При массе навески 0,1502 г и объеме раствора, пошедшего на титрование  $V = 27,0$  мл:

$$M = 0,1502 * 1000 / 53,0 * 27,0 = 0,105 \text{ моль/л}$$

*Коэффициент поправки (K)* рассчитывают, зная значение M:

$$K = M_{\text{факт}} / M_{\text{теор}} = 0,105 / 0,1 = 1,05$$

Расчет объема растворителя для разбавления оставшегося, ранее приготовленного титрованного раствора:

$$X_{\text{мл}} = (1,05 - 1,00) * (100 - 27) = 3,7 \text{ мл}$$

При установлении титра и коэффициента поправки ( $K_2$ ) после исправления концентрации титрованного раствора израсходовано 28,1 мл на массу навески 0,1505 г:

$$M = 0,1505 * 1000 / 53,0 * 28,1 = 0,101 \text{ моль/л}$$

$$K_2 = 0,101 / 0,1 = 1,01$$

**Пример 2. Приготовить 100 мл 0,1 М ( $УЧ = 1/2$ ) раствора йода и привести его к заданной концентрации.**

Титрованный раствор йода используют для количественного определения как окислителей (перманганат калия, сульфат меди), так и восстановителей (натрия тиосульфат, аналгин, раствор формальдегида).

Расчет массы йода, необходимой для приготовления 100 мл 0,1М титрованного раствора йода:

Фактор эквивалентности йода в реакциях окисления – восстановления равен  $1/2$ .

$$\text{Молярная масса эквивалента равна: } \mathcal{E} = 1/2 * 253,8 = 126,9.$$

$$\text{Титр 0,1 М раствора равен: } T = 0,1 * 126,9 / 1000 = 0,01269 \text{ г/мл}$$

Масса навески для приготовления 100 мл раствора равна:

$$a = 0,01269 \cdot 100 = 1,269 \text{ г.}$$

При приготовлении титрованного раствора берется масса навески йода несколько более рассчитанной, т. е. 1,3 г.

*Приготовление 0,1 М (УЧ = 1/2) титрованного раствора йода.*

Рассчитанную массу навески йода (1,3 г) растворяют в 3,6 г иодида калия в 5 мл воды в мерной колбе вместимостью 100 мл и доводят объем раствора водой до метки. Раствор тщательно перемешивают.

*Установление титра.* К 25 мл 0,1 М раствора тиосульфата натрия прибавляют 25 мл воды и титруют приготовленным раствором йода до появления синего окрашивания (индикатор - крахмал). На титрование израсходовано 25,7 мл раствора йода. Молярность раствора вычисляют по второму способу:

$$M = 0,1 \cdot 25,0 / 25,7 = 0,097 \text{ моль/л}$$

*Расчет коэффициента поправки ( $K_1$ ):*

$$K_1 = 0,097 / 0,1 = 0,97$$

Расчет массы йода для укрепления оставшегося ранее приготовленного титрованного раствора:

$$X_r = (1,00 - 0,97) \cdot (1,3 \cdot 74,3) = 0,029 \text{ г.}$$

Установление титра после исправления концентрации титрованного раствора.

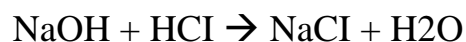
При повторном титровании израсходовано 24,8 мл раствора йода:

$$M = 0,1 \cdot 25,1 / 24,8 = 0,1008 = 0,101 \text{ моль/л}$$

*Расчет коэффициента поправки ( $K_2$ ):*

$$K_2 = 0,101 / 0,1 = 1,01$$

**Пример 3. Приготовить 1 литр 0,1 моль/л раствора натрия гидроксида (натра едкого).**



$$\text{М.м. NaOH} = 40,00$$

$$f_{\text{экв NaOH}} = 1$$

$$\text{М.м. экв. NaOH} = \text{М.м. NaOH} \cdot f_{\text{экв NaOH}} = 40,00 \cdot 1 = 40,00$$



$$T \text{ NaOH } 0,1 \text{ моль/л} = \text{М.м. экв. NaOH} * C \text{ NaOH} / 1000 = 40,00 * 0,1 / 1000 = 0,004000 \text{ г/мл}$$

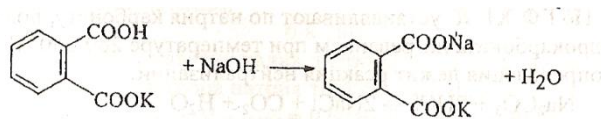
$$a \text{ NaOH} = T \text{ NaOH } 0,1 \text{ моль/л} * V \text{ NaOH} = 0,004000 * 1000 = 4,0 \text{ г}$$

Для приготовления раствора берут навеску несколько больше вычисленной, так как натрия гидроксид при хранении поглощает углекислоту воздуха и частично переходит в карбонат.

*Методика.* 4,5 г натрия гидроксида растворяют в 5 мл воды, колбу плотно закрывают пробкой и оставляют до следующего дня. Жидкость сливают с осадка в мерную колбу вместимостью 1 литр и доводят свежeproкипяченной и охлажденной водой до метки.

Согласно ГФ XI (вып.2, стр.66) для приготовления используют исходный раствор (160 г натрия гидроксида в 300 мл воды). 8 мл этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 литр и доводят объем раствора водой до метки.

К раствора натрия гидроксида по ГФ XI устанавливают по калия гидрофталату (КГФ). В основе определения лежит реакция нейтрализации:



$$\text{М.м. КГФ} = 204,23$$

$$f \text{ экв КГФ} = 1$$

$$\text{М.м. экв.КГФ} = \text{М.м. КГФ} * f \text{ экв КГФ} = 204,23 * 1 = 204,23$$

$$T \text{ КГФ/NaOH } 0,1 \text{ моль/л} = \text{М.м. экв.КГФ} * C \text{ NaOH} / 1000 = 204,23 * 0,1 / 1000 = 0,02042 \text{ г/мл}$$

Рассчитывают навеску калия гидрофталата, на титрование которой израсходовалось бы 20 мл раствора натрия гидроксида (0,1 моль/л)

$$a \text{ КГФ} = T \text{ КГФ} * V \text{ NaOH} = 0,02042 * 20 = 0,4084 \text{ г}$$

Таким образом, для определения К берут навеску около 0,41 г.

*Методика.* Около 0,41 г (точная навеска) калия гидрофталата, предварительно тонко измельченного и высушенного при 120С в течение 2 часов, растворя-

ют в 30 мл воды и титруют приготовленным раствором натрия гидроксида 0,1 моль/л (индикатор - фенолфталеин). Молярность вычисляют по первому способу:

$$M = \frac{a \cdot 1000}{\Xi \cdot V},$$

где: а - навеска химически чистого вещества в граммах;

Ξ – молярная масса условных частиц химически чистого вещества в граммах на моль;

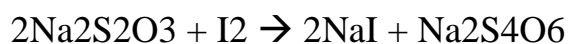
V - объем раствора, пошедшего на титрование навески, в миллилитрах;

1000 - количество миллилитров в 1 л раствора.

Затем вычисляют коэффициент поправки.

**Пример 4. Приготовить 500 мл 0,1 моль/л раствора натрия тиосульфата.**

Натрия тиосульфат используют для титрования йода.



$$\text{М.м. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 248,18$$

$$f_{\text{экв Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = 1$$

$$\text{М.м.экв Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \text{М.м. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \cdot f_{\text{экв Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = 248,18 \cdot 1 = 248,18$$

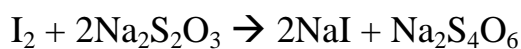
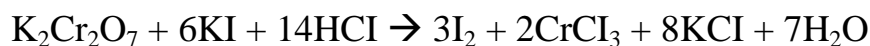
$$T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 0,1 моль/л}} = 248,18 \cdot 0,1 / 1000 = 0,02482 \text{ г/мл}$$

$$a_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 0,1 моль/л}} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = 0,02482 \cdot 500 = 12,41 \text{ г}$$

*Методика.* 13,0 г натрия тиосульфата и 0,05 г натрия карбоната безводного (для стабилизации раствора) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 мл и доводят объем раствора водой до метки.

По ГФ XI К устанавливают по навеске калия дихромата, перекристаллизованного из горячей воды, мелкорастертого, высушенного при температуре от 130

до 150 С до постоянной массы. Проводят реакцию, в результате которой выделяется эквивалентное количество йода.



$$\text{М.м. } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 294,19$$

$$f_{\text{экв}} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 1/6$$

$$\text{М.м.экв } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \text{М.м. } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 * f_{\text{экв}} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 294,19 * 1/6$$

$$T \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 0,1 моль/л} = 294,19 * 0,1 / 6 * 1000 = 0,004904 \text{ г/мл}$$

Рассчитывают навеску калия дихромата, на титрование которой израсходовалось бы 20 мл раствора натрия тиосульфата 0,1 моль/л:

$$a \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = T \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 * V \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 0,004904 * 20 = 0,09808 = 0,1 \text{ г}$$

*Методика.* Около 0,1 г (точная навеска) калия дихромата помещают в колбу с притертой пробкой, растворяют в 30 мл воды, прибавляют 1,5 г калия йодида, 5 мл кислоты хлористоводородной (25%), закрывают пробкой, смоченной раствором калия йодида, и оставляют в защищенном от света месте на 10 минут. Прибавляют 50 мл воды, обмывая пробку водой, и титруют приготовленным раствором натрия тиосульфата до зеленовато – желтого окрашивания. Затем прибавляют 2 мл раствора крахмала и продолжают титровать до перехода синей окраски в светло – зеленую. Молярность вычисляют по первому способу.

## 2.11. Приготовление титрованных растворов и установка их титров

### Приготовление 0,1 и 0,5 н. раствора кислот (HCl и H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

Ареометром определяют плотность концентрированной кислоты (соляной или серной) квалификации х.ч. и по табл. 9 находят соответствующее содержание H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> или HCl. На основании полученных данных вычисляют количество миллилитров исходной кислоты, необходимое для приготовления заданного количества кислоты соответствующей концентрации.

Таблица 9

## Плотность и концентрация растворов соляной и серной кислот (15 °С)

Соляная кислота		Серная кислота	
плотность, г/см <sup>3</sup>	содержание HCl, г/л	плотность, г/см <sup>3</sup>	содержание H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , г/л
1,160	365,6	1,830	1685
1,165	378,5	1,831	1692
1,170	391,5	1,832	1698
1,175	404,4	1,833	1704
1,180	417,5	1,834	1710
1,185	430,3	1,835	1717
1,190	443,1	1,836	1722
1,195	456,2	1,837	1730
1,200	469,3	1,838	1739
		1,839	1748
		1,840	1759
		1,8405	1765
		1,8410	1774
		1,8415	1792

**Пример 1.**

Соляная кислота (мол.вес 36,46;  $\mathcal{E}_{\text{HCl}} = 36,465$ )

Нужно приготовить 20 л 0,1 н раствора HCl. Предположим, что плотность кислоты, имеющейся в лаборатории, согласно определению ареометром, 1,19 г/см<sup>3</sup>. По табл. 9 находим, что соляная кислота плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> содержит 443,1 г/л HCl. На 1 л 0,1 н. раствора HCl требуется 3,6465 г HCl.

Следовательно, на 20 л соляной кислоты требуется  $3,6465 \text{ г} \cdot 20 = 72,93 \text{ г}$  HCl:

В 1000 мл исходной кислоты 443,1 г HCl

X » » » 72,93 HCl

$$X = 72,93 \cdot 1000 / 443,1 = 164,59 \text{ мл}$$

Следовательно, для того чтобы приготовить 20 л 0,1 н. раствора HCl, нужно взять 165 мл HCl плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и разбавить их до 20 л дистиллированной водой. После разбавления тщательно перемешать раствор.

Для приготовления 0,5 н. раствора HCl пользуются приведенным выше расчетом, учитывая, что на 1 л требуется 18,23 г HCl.

### **Пример 2.**

Серная кислота (мол. вес 98,09; ЭН<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = 49,045)

Предположим, что плотность имеющейся в лаборатории серной кислоты, согласно определению ареометром, 1,84 г/см<sup>3</sup>. Необходимо приготовить 20 л 0,1 н. раствора H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Для приготовления 1 л 0,1 н раствора H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> требуется 4,9045 г H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, а для приготовления 20 л 0,1 н. раствора H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> требуется  $20 \cdot 4,9045 = 98,09 \text{ г H}_2\text{SO}_4$ . По табл. 9 находим, что серная кислота плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> содержит 1759 г/л H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:

В 1000 мл исходной кислоты 1759 г H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

X » » » 98,09 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

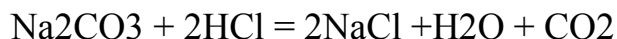
$$X = 98,09 \cdot 1000 / 1759 = 55,76 \text{ мл}$$

Следовательно, для приготовления 20 л 0,1 н. раствора H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> необходимо взять 56 мл H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, внести их осторожно в небольшое количество воды (3-4 л) и тщательно перемешать. После чего, постепенно добавляя воду и хорошо перемешивая раствор, довести объем до 20 л.

Для приготовления 0,5 н. раствора H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> пользуются приведенным выше расчетом, исходя из того, что на 1 л его требуется 24,52 г H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Титр кислот устанавливают по исходному веществу (карбонату натрия, буре или др.) и только в редких случаях проверяют его по титрованному раствору щелочи соответствующей нормальности.

### **Установка титра кислот по карбонату натрия**



Берут 3-4 навески карбоната натрия в отдельные бюксы (по 0,8-1,0 г для 0,5 н. кислот и по 0,15-0,20 г для 0,1 н. кислот) с точностью до 0,0002 г и сушат при 150 °С до постоянного веса. Навески переносят в конические колбы емкостью 100-250 мл и растворяют в 25 мл воды. Бюкс со следами оставшегося карбоната натрия снова взвешивают. Разность между результатами обоих взвешиваний показывает величину навески. К раствору добавляют 1-2 капли раствора метилового оранжевого и титруют постепенно кислотой до изменения желтой окраски и раствора в оранжево-розовую.

Коэффициент поправки К приготовленного раствора рассчитывают по формулам:

- для 0,5 н. растворов кислот:  $K = a/V \cdot 0,0265$
- для 0,1 н. растворов кислот:  $K = a/V \cdot 0,0053$

где а - навеска карбоната натрия, г; V - количество кислоты, израсходованное на титрование, мл; 0,0265 - количество карбоната натрия, соответствующее 1 мл точно 0,5 н. раствора кислоты, г; 0,0053 - количество карбоната натрия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора кислоты, г.

*Примечание.* При установке титра кислот по карбонату натрия можно применять смешанный индикатор. При пользовании последним титруют до перехода зеленого окрашивания раствора в фиолетовое.

При установке титров растворов кислот из полумикробюреток емкостью 10 мл с ценой деления 0,02 мл соответственно уменьшают навески карбоната натрия до 0,23-0,25 г, причем при установке титров 0,1 н. растворов взятую навеску растворяют в воде, в предварительно откалиброванной мерной колбе емкостью 100 мл и берут на определение 20-25 мл раствора. Титрование проводят

в тех же условиях, как описано при титровании из обычных бюреток. В расчетной формуле учитывают разведение.

### **Установка титра растворов кислот (соляной и серной) по тетраборату натрия (по буре)**



Влажность имеющейся буры проверяют по прилипанию кристалликов к стеклянной палочке. Если реактив влажный, его сушат на воздухе между листами фильтровальной бумаги до тех пор, пока отдельные кристаллики не перестанут прилипать к стеклянной палочке. Если влажность воздуха больше 70%, буру лучше сушить в эксикаторе, заполненном насыщенным раствором бромида натрия или насыщенным раствором хлорида натрия и сахара.

Берут 3-4 навески высушенной буры приблизительно по 0,5 г (для 0,1 н. растворов кислот) или по 2,5 г (для 0,5 н. растворов кислот) с точностью до 0,0002 г и переносят их в конические колбы емкостью 250 мл. Бюкс со следами оставшейся буры снова взвешивают. Разность между результатами обоих взвешиваний показывает величину навески. Буру растворяют в 30—60 мл теплой воды при энергичном взбалтывании, добавляют 1-2 капли раствора метилового красного и титруют кислотой до изменения желтой окраски раствора в оранжево-розовую. Ввиду плохой растворимости буры перед титрованием необходимо очень тщательно проверять полноту растворения навески.

Коэффициент поправки  $K$  приготовленного раствора рассчитывают по формулам:

- для 0,5 н. растворов кислот:  $K = a/V \cdot 0,09536$
- для 0,1 н. растворов кислот:  $K = a/V \cdot 0,019072$

где  $a$  - навеска буры, г;  $V$  - объем 0,1 н. кислоты, израсходованный на титрование, мл; 0,09536 - количество буры, соответствующее 1 мл точно 0,5 н. раствора кислоты, г; 0,019072 - количество буры, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора кислоты, г.

*Примечание.* При установке титра кислот по буре можно применять смешанный индикатор. При применении последнего титруют до перехода зеленого окрашивания раствора в фиолетовое.

### **Проверка титра 0,1 и 0,5 н. растворов кислот (соляной или серной) по титрованному раствору NaOH**

Из бюретки берут три параллельные пробы по 25-30 мл 0,1 или 0,5 н. раствора NaOH в конические колбы емкостью 250 мл, приливают 1-2 капли раствора метилового оранжевого или смешанного индикатора и титруют 0,1 или 0,5 н. раствором кислоты до перехода желтого окрашивания раствора в оранжевое (если титруют с метиловым оранжевым) или в фиолетовое (если титруют со смешанным индикатором).

Коэффициент поправки  $K$  рассчитывают по формуле:  $K = V1 \cdot K1 / V$

где  $V1$  - объём 0,1 или 0,5 н. раствора NaOH, взятый для титрования, мл;  $K1$  - коэффициент поправки 0,1 или 0,5 н. раствора NaOH;  $V$  - объём 0,1 или 0,5 н. раствора кислоты, израсходованный на титрование, мл.

При отсутствии резких колебаний температур титр растворов кислот можно проверять 1-2 раза в год.

### **Приготовление 0,1 и 0,5 н. растворов NaOH (не содержащих карбонатов)**

Формула NaOH

Мол. вес 39,997

$\text{Э}_{\text{NaOH}} = 39,997$

Вначале готовят насыщенный раствор щелочи. Для этого едкий натр реактивной квалификации х.ч. или ч.д.а. растворяют в равном по весу количестве воды. Раствор при этом сильно нагревается, поэтому приготовление ведут в жаростойкой стеклянной или фарфоровой посуде, щелочь добавляют постепенно при перемешивании, чтобы избежать местного перегрева. После охлаждения раствор оставляют на 2-3 недели в склянке или цилиндре, закрытыми резино-



вой пробкой; примесь карбоната натрия при этом выпадает в осадок и оседает на дно цилиндра.

Перед приготовлением титрованного раствора отбирают пипеткой пробу прозрачного концентрированного раствора (1 мл), переносят его в колбу емкостью 250 мл и разбавляют 25 мл воды. Затем добавляют 2 капли раствора метилового оранжевого и титруют 0,5 н. раствором HCl или H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> до перехода желтого окрашивания раствора в оранжево-розовое.

Концентрацию исходного насыщенного раствора щелочи С (в г/л) рассчитывают по формуле:  $C = V \cdot K1 \cdot 0,02 \cdot 1000 / V1 = 20 \cdot V \cdot K1 / V1$

где V - объем 0,5 н. раствора кислоты, израсходованный на титрование, мл; K1 - коэффициент поправки 0,5 н. раствора кислоты; V1 - объем испытуемого раствора, мл; 0,02 - количество NaOH, соответствующее 1 мл точно 0,5 н. раствора кислоты, г.

На основании полученных данных рассчитывают, сколько нужно взять насыщенного раствора щелочи, чтобы приготовить заданное количество титрованного раствора соответствующей нормальности.

### ***Пример***

Задано приготовить 20 л 0,5 н. раствора NaOH. Для приготовления 1 л 0,5 н. раствора NaOH требуется 20 г NaOH. Для приготовления 20 л 0,5 н. раствора NaOH требуется  $20 \cdot 20 = 400$  г NaOH.

Предположим, насыщенный раствор щелочи, согласно анализу, содержит 500 г NaOH в 1000 мл раствора, тогда требуемые 400 г NaOH содержатся в X мл раствора:  $X = 400 \cdot 1000 / 500 = 800$  мл.

Следовательно, для приготовления 20 л 0,5 н. раствора NaOH нужно взять 800 мл концентрированного раствора NaOH и разбавить до 20 л водой, освобожденной от CO<sub>2</sub>.

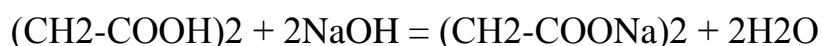
Раствор щелочи из цилиндра сливают осторожно сифоном, чтобы не взмутить осадок на дне цилиндра. После разбавления раствор щелочи тщательно перемешивают.

Для приготовления 0,1 н. раствора NaOH пользуются приведенным выше расчетом, исходя из того, что на 1 л его требуется не 20, а 4 г NaOH.

Растворы щелочи хранят обязательно защищая их от углекислого газа воздуха.

Титр щелочей устанавливают по исходному веществу (сульфаминовой, янтарной или другим кислотам) или проверяют его по титрованному раствору соляной кислоты соответствующей концентрации.

#### **Установка титра 0,1 и 0,5 н. растворов NaOH по янтарной кислоте**



Берут 3-4 навески янтарной кислоты в отдельные бюксы (по 0,2-0,25 г для установки титра 0,1 н. раствора NaOH и по 1-1,25 г для установки титра 0,5 н. раствора NaOH) с точностью до 0,0002 г. Навески сушат в сушильном шкафу при 100 °С до постоянного веса; затем переносят их в конические колбы емкостью 250 мл и растворяют в 25-50 мл воды. Бюкс со следами оставшейся янтарной кислоты снова взвешивают. Разность между результатами обоих взвешиваний показывает величину навески. Прибавляют к раствору янтарной кислоты 3-4 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором едкого натра до появления не исчезающего в течение 50-60 сек розового окрашивания.

Коэффициент поправки К щелочи рассчитывают по формулам:

- для 0,1 н. раствора NaOH:  $K = a/V \cdot 0,0059$
- для 0,5 н. раствора NaOH:  $K = a/V \cdot 0,0295$

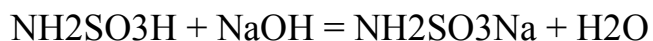
где а – навеска янтарной кислоты, г; V – объем 0,1 или 0,5 н. раствора NaOH, израсходованный на титрование, мл; 0,0059 – количество янтарной кислоты, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора NaOH, г; 0,0295 – количество янтарной кислоты, соответствующее 1 мл точно 0,5 н. раствора NaOH, г.

*Примечание.* Для установки титров растворов щелочи из полумикробюреток емкостью 10 мл с ценой деления 0,02 мл берут следующие навески предварительно высушенной янтарной кислоты; для 0,5 н. раствора NaOH примерно 0,25-0,28 г, для 0,1 н. раствора NaOH примерно 0,05-0,055 г.

В последнем случае рекомендуется брать навески на микровесах.

Взятые навески растворяют в 10 мл воды, добавляют 2 капли раствора фенолфталеина и титруют соответствующим раствором щелочи. При отсутствии микровесов навески для установки 0,1 н. раствора NaOH берут на обычных аналитических весах в количестве 0,5-0,55 г и растворяют их в воде в мерных колбах емкостью 100 мл (предварительно откалиброванных). Раствор тщательно перемешивают и на каждое определение берут 10 мл. При расчете коэффициента поправки в данном случае учитывают соответствующее разведение.

### **Установка титра 0,1 и 0,5 н. растворов NaOH по сульфаминовой кислоте**



Берут 3-4 навески перекристаллизованной сульфаминовой кислоты в отдельные бюксы около 0,3 г для установки титра 0,1 н. раствора NaOH и около 1,5 г для установки титра 0,5 н. раствора NaOH с точностью до 0,0002 г. Навески сушат в сушильном шкафу при 100-105° С до постоянного веса, затем переносят их в конические колбы емкостью 250 мл и растворяют в 25 мл воды. Бюкс со следами оставшейся сульфаминовой кислоты снова взвешивают. Разность между результатами обоих взвешиваний показывает величину навески. К раствору сульфаминовой кислоты добавляют 1-2 капли раствора метилового оранжевого и титруют щелочью до появления желтого окрашивания.

Коэффициент поправки К щелочи рассчитывают по формулам:

- для 0,1 н. раствора NaOH:  $K = a/V \cdot 0,009709$
- для 0,5 н. раствора NaOH:  $K = a/V \cdot 0,048545$

где а – навеска сульфаминовой кислоты, г; V – объем 0,1 или 0,5 н. раствора NaOH, израсходованный на титрование, мл; 0,009709 – количество сульфаминовой кислоты, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора NaOH, г; 0,048545 – количество сульфаминовой кислоты, соответствующее 1 мл точно 0,5 н. раствора NaOH, г.

## **Проверка титра 0,1 и 0,5 н. растворов NaOH по титрованному 0,1 или 0,5 н. раствору HCl**

Из бюретки берут 3-4 параллельные пробы по 25-30 мл 0,1 или 0,5 н. раствора NaOH в конические колбы емкостью 250 мл, приливают 3-4 капли раствора фенолфталеина и титруют 0,1 или 0,5 н. раствором HCl до исчезновения розовой окраски. Затем добавляют 1-2 капли раствора метилового оранжевого или смешанного индикатора и продолжают титрование до перехода желтого окрашивания в оранжево-розовое (если титруют с метиловым оранжевым) или до перехода зеленой окраски в фиолетовую (если титруют со смешанным индикатором).

Расчет для определения коэффициента поправки K щелочи по соляной кислоте:

- по фенолфталеину:  $K = V \cdot K_1 / V_2$

- по метиловому оранжевому:  $K = V_1 \cdot K_1 / V_2$

где V - объем 0,1 или 0,5 н. раствора HCl, израсходованный на титрование с фенолфталеином, мл; V<sub>1</sub> - объем 0,1 или 0,5 н. раствора HCl, израсходованный на суммарное титрование с фенолфталеином и с метиловым оранжевым, мл; K<sub>1</sub> - коэффициент поправки 0,1 или 0,5 н. раствора HCl; V<sub>2</sub> - объем 0,1 или 0,5 н. раствора NaOH, взятый для титрования, мл.

Расхождение между коэффициентом поправки щелочи, установленным по метиловому оранжевому и по фенолфталеину, свидетельствует о загрязненности щелочи карбонатами. Максимально допустимое расхождение в пределах 0,4% (т. е. не более 0,004). При отсутствии резких колебаний температур титр щелочей необходимо проверять не реже 1 раза в 3 месяца.

*Примечание.* При титровании щелочью кислых растворов с фенолфталеином пользоваться коэффициентом поправки щелочи, установленным по фенолфталеину вышеуказанным способом (на холоду), не следует.

В этих случаях для установления коэффициента поправки не щелочь титруют кислотой, а кислоту щелочью с кипячением и повторным титрованием до исчезающего розового окрашивания

Практически такой коэффициент совпадает с коэффициентом, установленным по метиловому оранжевому и по исходному веществу (янтарной или сульфаминовой кислоте) в пределах допустимой ошибки.

### **Приготовление 0,5 н. спиртового раствора КОН**

Формула КОН

Мол. вес 56,11

$\text{Э}_{\text{КОН}} = 56,11$

Для приготовления спиртового раствора КОН применяют спирт этиловый ректифицированный .

30-35 г КОН растворяют в 1 л спирта. Раствор отстаивают в течение 24 ч, после чего быстро сливают прозрачную жидкость с осадка (или быстро процеживают через стеклянную вату) в склянку из темного стекла и закрывают резиновой пробкой.

Если спирт не соответствует требованиям, его очищают по одной из приведенных ниже прописей.

*Первый способ очистки спирта.* 1 л этилового спирта кипятят в течение 30 мин с 10 г сплавленного КОН в колбе с обратным холодильником и затем перегоняют его также над сплавленным едким кали. Очищенный таким образом спирт не должен желтеть, если 10 мл его прокипятить с концентрированным раствором сплавленного едкого кали (2 ч. КОН + 1 ч. воды) и жидкость оставить на 20 мин.

*Второй способ очистки спирта и приготовление раствора щелочи.* Требуемое количество КОН растирают в ступке с равным количеством жженой извести в кусках и несколькими миллилитрами спирта. Полученную кашицу смывают спиртом в склянку, добавляют требуемое количество спирта и оставляют

стоять при частом взбалтывании до растворения едкого кали, после чего тщательно сливают или быстро фильтруют.

### **Установка титра 0,5 н. раствора КОН**

В конические колбы емкостью 250 мл приливают из бюретки 30-40 мл 0,5 н. раствора HCl или H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, добавляют 2-3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором едкого кали до розовой окраски раствора.

Коэффициент поправки K рассчитывают по формуле:  $K = V \cdot K_1 / V_2$

где V - объем 0,5 н. раствора кислоты, израсходованный на титрование, мл; K<sub>1</sub> - коэффициент поправки 0,5 н. раствора кислоты; V<sub>1</sub> - объем 0,5 н. раствора КОН, взятый для титрования, мл.

0,1 н. спиртовые растворы КОН готовят из 0,5 н. раствора, разбавляя его спиртом, очищенным, как указано выше. Спиртовые растворы щелочи неустойчивы при хранении.

### **Приготовление 0,1 н. раствора HClO<sub>4</sub> (хлорной кислоты)**

Формула HClO<sub>4</sub>

Мол. вес 100,47

ЭHClO<sub>4</sub> = 100,47

Чтобы приготовить 1 л 0,1 н. раствора HClO<sub>4</sub>, надо 10,047 г ее растворить в безводной уксусной кислоте.

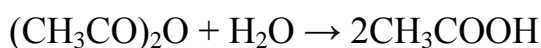
Так как исходная хлорная кислота бывает различной концентрации (большей частью от 30 до 70%), необходимо предварительно определить в ней содержание основного вещества. Для этого берут навеску кислоты (2 г для 70% раствора или 5 г для 30% раствора), добавляют 1 каплю раствора метилового оранжевого и титруют 0,5 н. раствором NaOH до перехода оранжево-розового окрашивания раствора в желтое.

Ареометром определяют плотность кислоты с точностью до 0,001.

Ледяную уксусную кислоту х.ч., применяемую для растворения хлорной кислоты, предварительно проверяют на содержание в ней основного вещества,

которого должно быть менее  $99,8 \pm 0,3\%$ , и на содержание влаги. Содержание основного вещества определяют титрованием щелочью с индикатором фенолфталеин. Содержание воды определяют титрованием реактивом Фишера.

Если содержание воды в уксусной кислоте превышает  $0,1\%$ , надо ее обезвожить добавлением избыточного количества уксусного ангидрида в соответствии с протекающей реакцией:



Необходимое количество уксусного ангидрида вливают в исходную кислоту, плотно закрывают сосуд пробкой, тщательно перемешивают содержимое сосуда и оставляют его на сутки для более полного взаимодействия уксусного ангидрида с водою. Через сутки определяют содержание воды в уксусной кислоте. Если содержание воды превышает допустимую норму, необходимо добавить еще немного уксусного ангидрида, небольшой избыток которого не мешает аналитическим определениям.

Определив концентрацию и плотность хлорной кислоты, рассчитывают, какой объем  $V$  (в мл) нужно взять ее для приготовления 1 л раствора:  $V = 10,047 \cdot 100 / A \cdot d$ , где  $A$  - содержание  $\text{HClO}_4$  в применяемом растворе хлорной кислоты, %;  $d$  - плотность применяемого раствора хлорной кислоты,  $\text{г/см}^3$ ; 10,047 - 0,1 г-экв  $\text{HClO}_4$ .

Для удаления из хлорной кислоты избыточного содержания воды пользуются уксусным ангидридом. Количество его  $V_1$ , (в мл) рассчитывают по формуле:

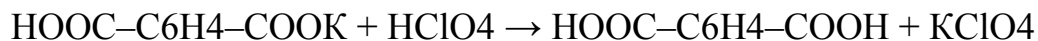
$$V_1 = [(100 - A) \cdot V \cdot d \cdot 102] / 100 \cdot 18 \cdot d_1$$

где  $(100 - A)$  - содержание воды в применяемом растворе хлорной кислоты, %;  $V$  - объем раствора хлорной кислоты, взятый для приготовления раствора, мл;  $d$  - плотность применяемого раствора хлорной кислоты,  $\text{г/см}^3$ ;  $d_1$  - плотность применяемого уксусного ангидрида,  $\text{г/см}^3$ ; 102 - молекулярный вес уксусного ангидрида; 18 - молекулярный вес воды.

Определенный объем хлорной кислоты ( $V$ ) постепенно при непрерывном перемешивании вливают в 800 мл ледяной уксусной кислоты, прибавляют  $V_1$  мл

уксусного ангидрида и тщательно перемешивают. Доводят объем раствора ледяной уксусной кислотой до 1 л и снова перемешивают. Через сутки раствор годен к употреблению.

#### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{HClO}_4$ по бифталату калия**



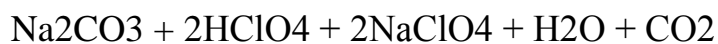
Берут 3-4 навески бифталата калия в отдельные бюксы в количестве около 0,5 г с точностью до 0,0002 г и сушат до постоянного веса при 110-115 °С. Навески переносят в конические колбы емкостью 250 мл, растворяют при нагревании в 50 мл безводной уксусной кислоты, добавляют две капли раствора кристаллического фиолетового и титруют 0,1 н. раствором  $\text{HClO}_4$  до перехода окраски раствора из синей в сине-зеленую.

Коэффициент поправки К раствора хлорной кислоты рассчитывают по формуле:

$$K = a / V * 0.0204$$

где а - навеска бифталата калия, г; V - объем 0,1 н. раствора  $\text{HClO}_4$ , израсходованный на титрование, мл; 0,0204 - количество бифталата калия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора  $\text{HClO}_4$ , г.

#### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{HClO}_4$ по карбонату натрия**



Берут 3-4 навески карбоната натрия в отдельные бюксы по 0,15 г с точностью до 0,0002 г и сушат до постоянного веса при 150° С. Навески переносят в конические колбы емкостью 250 мл, растворяют в 30 мл безводной уксусной кислоты, добавляют 1 каплю раствора кристаллического фиолетового или метилового фиолетового и титруют раствором хлорной кислоты до перехода окраски раствора из синей в зеленую (через сине-зеленую).

Коэффициент поправки К раствора хлорной кислоты рассчитывают по формуле:

$$K = a / V * 0.0053$$



где  $a$  - навеска карбоната натрия, г;  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{HClO}_4$ , израсходованный на титрование, мл; 0,0053 - количество карбоната натрия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора  $\text{HClO}_4$ , г. Титр растворов хлорной кислоты устойчив в течение длительного времени; со временем концентрация раствора может возрасти из-за улетучивания уксусной кислоты.

### **Приготовление 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (тиосульфата натрия)**

Формула  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

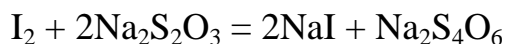
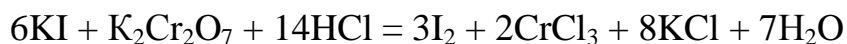
Мол вес 248,19

$\Theta_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = 248,19$

Требуемое количество тиосульфата натрия квалификации ч. д. а. или фото 1-й сорт отвешивают из расчета 25 г на 1 л раствора и растворяют на холоду в соответствующем объеме свежeproкипяченной и охлажденной воды. К полученному раствору тиосульфата натрия добавляют карбонат натрия из расчета 0,2 г на 1 л раствора. Раствор оставляют стоять 10-15 дней, после чего определяют его титр. Если при стоянии в растворе появляется муть, то раствор следует изъять из употребления. При отсутствии препарата соответствующей квалификации готовят его из технического продукта, для чего 700 г  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  растворяют в 300 мл горячей воды, фильтруют и охлаждают до 0°C при непрерывном перемешивании для получения более мелких кристаллов. Выпавшую соль отсасывают и перекристаллизовывают еще раз в таких же условиях. Очищенную перекристаллизацией соль растирают со спиртом, выливают массу на фильтр и, дав стечь спирту, промывают соль спиртом (абсолютным) и эфиром, затем пропускают воздух для испарения эфира. Препарат оставляют на сутки, покрыв фильтровальной бумагой, после чего ссыпают в сухую банку. Такая очистка дает препарат, содержащий 99,99%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

Растворы тиосульфата натрия хранят в темных склянках, защищенных от действия окислителей и углекислого газа воздуха.

### Установка титра 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ по бихромату калия



Берут 3-4 навески бихромата калия х. ч., трижды перекристаллизованного, в отдельные бюксы по 0,15-0,2 г с точностью до 0,0002 г и сушат их до постоянного веса при 150° С. Навеску переносят в коническую колбу с притертой пробкой емкостью 500 мл и растворяют ее в 50 мл воды. Бюкс со следами оставшегося бихромата калия снова взвешивают. Разность между результатами обоих взвешиваний показывает величину навески бихромата калия. Затем добавляют 2 г KI х.ч. и 8 мл концентрированной HCl или 10 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:2). Раствор хорошо перемешивают, разбавляют до 400 мл водой, и выделившийся йод титруют 0,1 н. раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Во время титрования энергично взбалтывают раствор, пока цвет его из коричневого не перейдет в желтовато-зеленый. Тогда прибавляют 1,5-2,0 мл раствора крахмала и продолжают титровать до перехода цвета раствора из синего в изумрудно-зеленый. Также поступают со 2-, 3- и 4-й навесками. Параллельно проводят контрольный опыт, для чего к 50 мл йода добавляют 2 г KI, 8 мл концентрированной HCl или 10 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:2) и разбавляют водой до 400 мл. После этого добавляют 1,5-2,0 мл раствора крахмала и титруют тиосульфатом натрия, как описано выше.

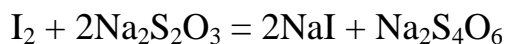
Коэффициент поправки  $K$  раствора рассчитывают по формуле:  $K = a / (V - V_1) \cdot 0,0049031$ , где  $a$  - навеска бихромата калия, г;  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на титрование, мл;  $V_1$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на контрольный опыт, мл; 0,0049031 - количество бихромата калия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , г.

При установке титра раствора тиосульфата натрия из полумикробюреток емкостью 10 мл с ценой деления 0,02 мл берут навески бихромата калия из предварительно высушенной при 150°С соли в количестве 0,04-0,045 г на микровесах в микробюксах. Навески переносят в конические колбы с притертой пробкой емкостью 250-300 мл и растворяют в 20 мл воды. Затем добавляют 1 г KI, 4

мл концентрированной HCl или 5 мл H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:2), разбавляют водой до 100 мл и титруют раствором тиосульфата натрия. Объем добавляемого в конце титрования раствора крахмала снижают до 1 мл.

При отсутствии микровесов навески бихромата калия берут на обычных аналитических весах в количестве 0,20-0,23 г. После высушивания при 150° С навески переносят в предварительно откалиброванные мерные колбы емкостью 100 мл и растворяют в воде. Из тщательно перемешанного раствора берут на каждое определение 20 мл и ведут титрование в тех же условиях, как описано для микронавесок. При расчете коэффициента поправки учитывают соответствующее разведение.

#### **Установка титра 0,1 н. раствора Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> по йоду**



В небольшой бюкс с пришлифованной крышкой всыпают 2-2,5 г KI квалификации х.ч., не содержащего йодата, и приливают 0,5 мл воды. Так как растворение йодида калия в воде сопровождается сильным понижением температуры, то перед взвешиванием выдерживают бюкс в весовом шкафу в течение 15 мин. Если снаружи бюкс покроется влагой, то ее снимают фильтровальной бумагой. Затем точно взвешивают бюкс с йодидом калия. На технических весах отвешивают (в бюксе или на часовом стекле) примерно 0,4-0,5 г возогнанного йода и осторожно переносят его на взвешенный бюкс с раствором йодида калия, следя за тем, чтобы он не попал на наружные стенки бюкса. Бюкс закрывают крышкой и снова взвешивают на аналитических весах. В концентрированном растворе йодида калия йод растворяется почти моментально. Взятую навеску переносят в коническую колбу емкостью 500 мл с пришлифованной пробкой. Для этого закрытый бюкс с растворенным йодом вводят в горло наклоненной колбы, содержащей 200 мл воды и около 1 г KI, и в момент опускания бюкса на дно колбы с него снимают крышку, которую затем также опускают в колбу. Полученный таким образом раствор йода титруют тиосульфатом натрия до тех пор,

пока окраска раствора не станет слабо-желтой. Затем прибавляют 1,5-2 *мл* раствора крахмала и продолжают титровать до обесцвечивания раствора.

Коэффициент поправки  $K$  раствора тиосульфата рассчитывают по формуле:

$K = a / V \cdot 0.001269$ , где  $a$  - навеска йода, *г*;  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на титрование, *мл*; 0,01269 - количество йода, соответствующее 1 *мл* точно 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , *г*.

При отсутствии резких колебаний температур титр 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  можно проверять 1 раз в 3 месяца.

### **Приготовление 0,1 н. раствора йода**

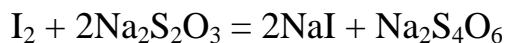
Формула  $\text{I}_2$

Мол. вес 253,8

$\mathcal{E}_{\text{I}_2} = 126,9$

Требуемое количество йода ч.д.а. отвешивают на технических весах из расчета 12,7 г на 1 л. Йод всыпают в бутылку, в которой находится концентрированный раствор йодида калия (на каждый литр заданного количества йода берут 35 *г* KI и растворяют его в 25 *мл* воды). Взбалтывают до полного растворения йода в йодиде калия, после чего доливают необходимое количество воды и хорошо перемешивают. Раствор хранят в бутылках из темного стекла с хорошо пришлифованными пробками.

### **Установка титра 0,1 н. раствора йода по 0,1 н. раствору $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**



В коническую колбу с притертой пробкой наливают 25-30 *мл* раствора йода, добавляют 20-30 *мл* воды и титруют 0,1 н. раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  до перехода бурого окрашивания раствора в соломенно-желтое. Затем прибавляют 1,5-2 *мл* раствора крахмала и продолжают титрование до полного обесцвечивания.

Коэффициент поправки  $K$  раствора йода находят по формуле:  $K = V \cdot K_1 / V_1$ , где  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на титрование, *мл*;  $K_1$  -

коэффициент поправки 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $V_I$  - объем 0,1 н. раствора йода, взятый для титрования, *мл*.

При отсутствии резких колебаний температур титр 0,1 н. раствора йода можно проверять 1 раз в месяц. При установке титра с помощью полумикробюретки емкостью 10 *мл* с ценой деления 0,02 *мл* берут 8-10 *мл* раствора йода, прибавляют 10 *мл* воды и титруют раствором тиосульфата натрия из микробюретки, прибавляя в конце титрования 1 *мл* раствора крахмала.

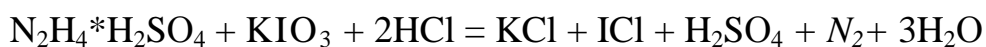
### **Приготовление 0,1 М раствора $\text{KIO}_3$ (йодата калия)**

Формула  $\text{KIO}_3$

Мол. вес 214,02

Требуемое количество йодата калия квалификации х.ч. отвешивают из расчета 21,4 *г* на 1 *л* и растворяют в соответствующем объеме воды. Хорошо перемешав раствор, устанавливают его титр.

### **Установка титра 0,1 М раствора $\text{KIO}_3$ по сульфату гидразина**



Берут 3-4 навески сульфата гидразина по 0,4-0,5 *г* в отдельные бюксы и сушат в сушильном шкафу при 110-120° С до постоянного веса. Навеску переносят в колбу с пришлифованной пробкой емкостью 250 *мл* и растворяют в 40-50 *мл* воды. Бюкс со следами оставшегося сульфата гидразина снова взвешивают и по разности определяют точную навеску, взятую на титрование. После этого прибавляют 45 *мл* концентрированной  $\text{HCl}$  (плотностью 1,19 *г/см*<sup>3</sup>), закрывают колбу пробкой и оставляют на 10 *мин* в темном месте. Затем прибавляют 5-6 *мл* четыреххлористого углерода или хлороформа и титруют 0,1 М раствором  $\text{KIO}_3$ . Титрование ведут сначала быстро (все время энергично встряхивая), а перед концом, когда окраска раствора переходит из темно-красной в желтую, раствор  $\text{KIO}_3$  прибавляют по каплям, энергично встряхивая (предварительно закрыв колбу пробкой), и наблюдают окраску органического растворителя. В

начале титрования органический растворитель окрашен в фиолетовый цвет, в конечной точке титрования эта окраска исчезает.

Коэффициент поправки  $K$  раствора йодата калия рассчитывают по формуле:

$K = a / V \cdot 0.013012$ , где  $a$  - навеска сульфата гидразина, г;  $V$  - объем 0,1  $M$  раствора  $KIO_3$ , израсходованный на титрование, мл; 0,013012 - количество сульфата гидразина, соответствующее 1 мл точно 0,1  $M$  раствора  $KIO_3$ , г.

### **Приготовление 0,1 н. раствора $KBrO_3$ (бромата калия)**

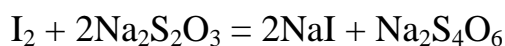
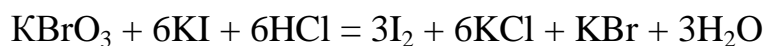
Формула  $KBrO_3$

Мол. вес 167,01

$\Theta_{KBrO_3} = 27,835$

Требуемое количество  $KBrO_3$  х.ч. или ч.д.а. (из расчета 2,78 г на 1 л), предварительно высушенного при 150°C, отвешивают на технических весах. Навеску растворяют в соответствующем объеме воды и, хорошо перемешав раствор, устанавливают его титр по 0,1 н. раствору  $Na_2S_2O_3$ .

### **Установка титра 0,1 М раствора $KBrO_3$ по раствору $Na_2S_2O_3$**



Из бюретки берут раствор  $KBrO_3$  в количестве 25-30 мл в коническую колбу емкостью 250 мл с притертой пробкой. Затем прибавляют 2 г KI х. ч. и 5 мл концентрированной HCl и тщательно перемешивают раствор. После этого добавляют 2-3 капли 3% раствора  $(NH_4)_2MoO_4$ , являющегося катализатором окислительно-восстановительного процесса. После добавления молибдата аммония сразу же титруют 0,1 н. раствором  $Na_2S_2O_3$  до слабо-желтого окрашивания раствора, прибавляют 2-3 мл раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Параллельно проводят контрольный опыт. Для этого к 25-30 мл воды добавляют 2 г KI, 5 мл концентрированной HCl и 2-3 капли 3% раствора  $(NH_4)_2MoO_4$ .

Тщательно перемешав смесь, добавляют раствор крахмала, в случае появления синей окраски титруют 0,1 н. раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  до обесцвечивания.

Коэффициент поправки  $K$  раствора бромата калия рассчитывают по формуле

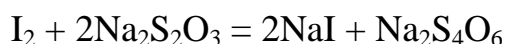
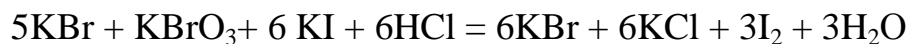
$K = (V - V_1) \cdot K_1 / V_2$ , где  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на титрование, *мл*;  $V_1$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на контрольный опыт, *мл*;  $K_1$  - коэффициент поправки 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $V_2$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{KBrO}_3$ , взятый для титрования, *мл*.

При отсутствии резких колебаний температур титр раствора проверяют не реже 1 раза в 6 месяцев.

### **Приготовление 0,1 н. раствора бромид-бромата калия (бромид и бромата калия)**

Требуемое количество бромата калия х. ч. (из расчета 2,78 г на 1 л) и бромида калия х.ч. (из расчета 10 г на 1 л) растворяют в соответствующем объеме воды. Раствор тщательно перемешивают и проверяют его титр по 0,1 н. раствору  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

### **Установка титра 0,1 н. раствора бромид-бромата по 0,1 н. раствору $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**



Из бюретки наливают 25-30 *мл* 0,1 н. раствора бромид-бромата в коническую колбу емкостью 250 *мл* с притертой пробкой, прибавляют 2 г  $\text{KI}$ , 10 *мл*  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:2), перемешивают и оставляют в покое. Через 10 *мин* выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия, прибавляя в конце титрования 1,5-2 *мл* раствора крахмала. Параллельно проводят контрольный опыт, для которого в 25-30 *мл* воды, прибавляют 2 г  $\text{KI}$ , 10 *мл*  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:2) и титруют, как описано выше.

Коэффициент поправки  $K$  рассчитывают по формуле:

$K = (V - V_1) \cdot K_1 / V_2$ , где  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на титрование раствора бромид-бромата, *мл*;  $V_1$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,

израсходованный на контрольный опыт, *мл*;  $K_1$  - коэффициент поправки раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $V_2$ - объем 0,1 н. раствора бромид-бромата, взятый для титрования, *мл*.

### **Приготовление 0,1 н. раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (бихромата калия)**

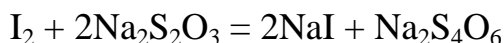
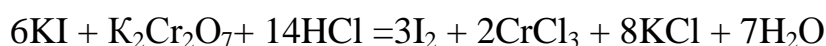
Формула  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Мол. вес 294,19

$\Theta_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$  49,031

Необходимое количество бихромата калия квалификации х.ч. (из расчета 4,90 г на 1 л раствора) растворяют в соответствующем объеме воды. После растворения хорошо перемешивают раствор и устанавливают его титр по 0,1 н. раствору  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ по 0,1 н. раствору $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**



К 30-40 *мл* раствора  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (из бюретки), взятых в коническую колбу емкостью 500 *мл* с притертой пробкой, прибавляют 2 г К I и 8 *мл* концентрированной  $\text{HCl}$  или 10 *мл*  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:2). Раствор хорошо перемешивают, разбавляют до 400 *мл* водой и выделившийся йод титруют 0,1 н. раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Титрование проводят при энергичном взбалтывании до перехода коричневого цвета раствора в желтовато-зеленый. Затем прибавляют 1,5-2,0 *мл* раствора крахмала и титруют до тех пор, пока цвет раствора резко не перейдет из синего в изумрудно-зеленый. Параллельно проводят контрольный опыт, для чего к 50 *мл* воды добавляют 2 г К I и 8 *мл* концентрированной  $\text{HCl}$  или 10 *мл*  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:2). Смесь хорошо перемешивают, разбавляют водой до 400 *мл*, добавляют раствор крахмала (1,5-2 *мл*) и титруют 0,1 н. раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (как описано выше).

Коэффициент поправки  $K$  раствора бихромата калия рассчитывают по формуле:



$K = (V - V_1) \cdot K_1 / V_2$ , где  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на титрование, мл;  $V_1$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на контрольный опыт, мл;  $K_1$  - коэффициент поправки раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $V_2$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , взятый для титрования, мл.

### **Приготовление 0,1 н. раствора $\text{KMnO}_4$ (перманганата калия)**

Формула  $\text{KMnO}_4$

Мол вес 158,04

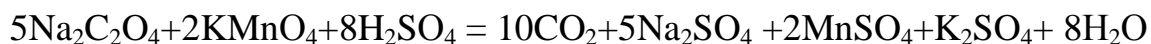
$\Theta_{\text{KMnO}_4} = 31,608$

Необходимое количество перманганата калия х.ч. (из расчета 3,16 г  $\text{KMnO}_4$  на 1 л раствора) растворяют в колбе в 2-3 л дистиллированной воды, предварительно нагретой до 40-50° С. Растворение  $\text{KMnO}_4$  происходит довольно медленно. Так как в темном растворе трудно заметить полное растворение кристаллов, то колбу, в которой производят растворение, приводят во вращательное движение в наклонном или опрокинутом положении и смотрят на стенки, которые последовательно освобождаются от раствора. Отсутствие прилипания кристаллов к стенкам служит признаком полного растворения. Полученный раствор переносят количественно в большую бутылку, разбавляют водой и хорошо взбалтывают. Концентрация раствора в первые дни после приготовления очень неустойчива, ввиду возможного разложения  $\text{KMnO}_4$  до  $\text{MnO}_2$  и из-за наличия в растворе пыли органического происхождения, окисляющейся перманганатом калия. Поэтому раствор оставляют в закрытой бутылке в темноте в течение 10-14 дней, после чего приступают к установке титра. Если раствор перманганата калия после выстаивания содержит бурый осадок  $\text{MnO}_2$ , его необходимо профильтровать через асбест, стеклянную вату или воронку с пористой стеклянной пластинкой. Для быстрого приготовления небольшого количества титрованного раствора перманганата калия растворяют необходимое количество химически чистого  $\text{KMnO}_4$  в соответствующем объеме воды, доводят раствор до кипения и продолжают нагревать при температуре, близкой к точке ки-

пения, еще 1 ч. В случае выпадения осадка  $MnO_2$  раствор фильтруют через чистый асбест (освобожденный от органических примесей) или через фильтрующий тигель с пористой стеклянной пластинкой, или через стеклянную вату. В этом случае к установке титра можно приступить немедленно.

Растворы перманганата калия сохраняются в бутылках темного стекла. Следует избегать соприкосновения раствора перманганата калия с резиновыми трубками или пробками; при титровании необходимо пользоваться бюретками со стеклянными кранами. Краны на бюретках нельзя смазывать вазелином, можно слегка смазать концентрированной серной кислотой.

#### **Установка титра 0,1 н. раствора $KMnO_4$ по оксалату натрия**



Навеску оксалата натрия в количестве 0,2-0,25 г, взятую с точностью до 0,0002 г, помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, растворяют ее в 100 мл горячей (80-90° С) воды, прибавляют 10 мл разбавленной  $H_2SO_4$  (1:1) и титруют 0,1 н. раствором  $KMnO_4$  при постоянном сильном помешивании до появления слабо-розового окрашивания. При титровании первые капли перманганата калия обесцвечиваются очень медленно, так как в реакционной среде отсутствуют ионы  $Mn^{2+}$ , каталитически ускоряющие реакцию. Поэтому титрование сначала нужно вести очень медленно, не прибавляя последующей капли раствора до тех пор, пока предыдущая полностью не обесцветилась. После появления в растворе ионов  $Mn^{2+}$  реакция окисления ускоряется и титровать можно быстрее, но не допуская приливания титрованного раствора струей. Титрование считают законченным, когда появившаяся розовая окраска раствора не исчезнет в течение 1 мин.

Коэффициент поправки К раствора перманганата калия рассчитывают по формуле:

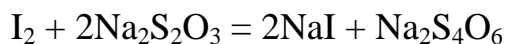
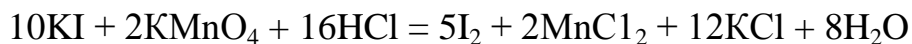
$K = a/V \cdot 0.0067$ , где  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $KMnO_4$ , израсходованный на титрование, мл;

$a$  - навеска оксалата натрия, г; 0,0067 - количество оксалата натрия, соответствующее точно 0,1 н. раствора  $\text{KMnO}_4$ , г.

Примечание. При установке титра раствора перманганата калия из полумикробюреток емкостью 10 мл с ценой деления 0,02 мл берут навески оксалата натрия из соли, предварительно высушенной при 100-105° С, в количестве 0,06-0,065 г желательно на микровесах в микробюксе. Бюкс вместе с навеской опускают в колбу, растворяют навеску в 30 мл горячей воды (80-90°С), прибавляют 3 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:1) и титруют точно так же, как описано выше при работе с обычными макробюретками.

При отсутствии микровесов навески  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  берут на обычных аналитических весах в количестве 0,62-0,65 г и растворяют в воде в откалиброванной мерной колбе емкостью 100 мл. После тщательного перемешивания берут на определение 10 мл раствора, прибавляют 3 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:1) и 20 мл горячей воды и титруют раствором  $\text{KMnO}_4$ , как описано выше. При расчете коэффициента поправки учитывают соответствующее разведение навески.

#### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{KMnO}_4$ по титрованному раствору тиосульфата натрия**



В коническую колбу емкостью 500 мл с притертой пробкой всыпают 2 г  $\text{KI}$  х.ч., растворяют в возможно малом количестве воды, прибавляют 10 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:5). Затем приливают из бюретки 25-30 мл раствора  $\text{KMnO}_4$ , разбавляют водой до 200 мл и выделившийся йод титруют 0,1 н. раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  до соломенно-желтого окрашивания раствора. После этого добавляют 1 мл 0,5% раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора. Параллельно проводят контрольный опыт. Для этого к 25-30 мл дистиллированной воды добавляют 5 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:5) и 2 г  $\text{KI}$  х.ч. Смесь хорошо перемешивают, разбавляют водой до 200 мл, и выделившийся йод титруют 0,1 н. раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  в присутствии крахмала.

Коэффициент поправки  $K$  раствора перманганата калия рассчитывают по формуле:

$K = (V - V_1) \cdot K_1 / V_2$ , где  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на титрование, *мл*;  $V_1$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на контрольный опыт, *мл*;  $K_1$  - коэффициент нормальности раствора тиосульфата натрия;  $V_2$  - объем раствора перманганата калия, взятый для титрования, *мл*.

При отсутствии резких колебаний температур титр 0,1 н. раствора  $\text{KMnO}_4$  необходимо проверять не реже 1 раза в 3 месяца

### **Приготовление 0,1 н. раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (щавелевой кислоты)**

Формула  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Мол. вес 126,07

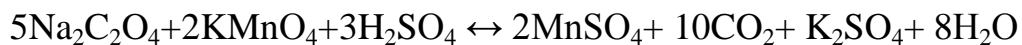
$\text{Э}_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 63,035$

Необходимое количество щавелевой кислоты х.ч. (из расчета 6,3 г на 1 л раствора) растворяют в соответствующем объеме воды с добавкой 300 *мл* разбавленной  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:5) на каждый литр раствора.

Предварительно серная кислота должна быть проверена на отсутствие восстановителей. Для этого к 60 *мл* воды прибавляют 20 *мл* испытуемой  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и после охлаждения добавляют 0,5 *мл* 0,1 н. раствора  $\text{KMnO}_4$ . Появившееся розовое окрашивание должно удерживаться в течение 5 *мин*.

Если раствор щавелевой кислоты применяют при титровании в реакциях нейтрализации, серную кислоту не добавляют.

### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ по 0,1 н. раствору $\text{KMnO}_4$**



Наливают из бюретки 25-30 *мл* 0,1 н. раствор  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , разбавляют в 2 раза водою, нагревают до 80-90°C (но не до кипения) и медленно титруют 0,1 н. раствором  $\text{KMnO}_4$  при постоянном сильном помешивании до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 *мин*.

Так же, как при установке титра  $\text{KMnO}_4$  по оксалату натрия, сначала титруют медленно до накопления в растворе ионов  $\text{Mn}^{2+}$ , после чего скорость титрования увеличивают.

Коэффициент поправки  $K$  раствора щавелевой кислоты рассчитывают по формуле:

$K = V \cdot K_1 / V_1$ , где  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{KMnO}_4$ , израсходованный на титрование, *мл*;  $K_1$  - коэффициент поправки 0,1 н. раствора  $\text{KMnO}_4$ ;  $V_1$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , взятой для титрования, *мл*.

### **Приготовление 0,1 н. раствора соли Мора (двойного сульфата железа (II) и аммония)**

Формула  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Мол. вес 392,14

$\mathcal{E}_{\text{соли Мора}} = 392,14$

Около 40 г голубовато-зеленых (без бурой побежалости) кристаллов соли Мора х.ч. растворяют в 500 *мл* воды, к которой прибавлено (осторожно) 100 *мл*  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (плотностью 1,84 г/*см*<sup>3</sup>). Затем разбавляют водой до 1 л и, в случае необходимости, фильтруют.

### **Приготовление 0,1 н. раствора $\text{FeSO}_4$ (сульфата железа (II))**

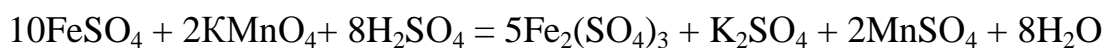
Формула  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

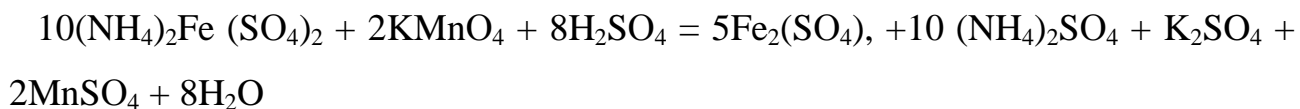
Мол. вес 278,02

$\mathcal{E}_{\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} = 278,02$

28 г  $\text{FeSO}_4$  х.ч. растворяют в 500 *мл* воды, к которой осторожно добавлено 100 *мл*  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (плотностью 1,84 г/*см*<sup>3</sup>). Затем разбавляют водой до 1 л и, в случае необходимости, фильтруют.

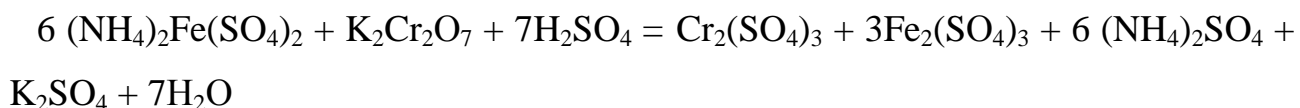
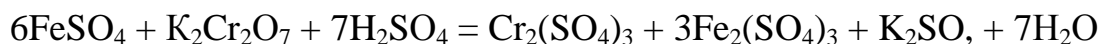
### **Установка титра соли Мора и сульфата железа (II) по 0,1 н. раствору $\text{KMnO}_4$**





К 25-30 *мл* раствора соли Мора или раствора  $\text{FeSO}_4$  приливают 3 *мл*  $\text{H}_3\text{PO}_4$  и титруют 0,1 н. раствором  $\text{KMnO}_4$  до розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 *сек.* Коэффициент поправки  $K$  рассчитывают по формуле:  $K = V \cdot K_1 / V_1$ , где  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{KMnO}_4$ , израсходованный на титрование, *мл*;  $K_1$  - коэффициент поправки 0,1 н. раствора  $\text{KMnO}_4$ ;  $V_1$  - объем 0,1 н. раствора соли Мора или сульфата железа (II), взятый для титрования, *мл*.

### **Установка титра соли Мора и сульфата железа (II) по 0,1 н. раствору**



В коническую колбу емкостью 500 *мл* вносят 25-30 *мл* 0,1 н. раствора соли Мора или  $\text{FeSO}_4$ , прибавляют 250 *мл* свежепрокипяченной и охлажденной воды, 10 *мл*  $\text{H}_2\text{SO}_4$  х.ч. (плотностью 1,84 *г/см*<sup>3</sup>), 0,5 *мл* 1% раствора фенилантрапиновой кислоты и титруют 0,1 н. раствором  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  до появления вишнево-красного окрашивания раствора.

Коэффициент поправки  $K$  рассчитывают по формуле:  $K = V \cdot K_1 / V_1$ , где  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , израсходованный на титрование, *мл*;  $K$  - коэффициент поправки раствора бихромата калия;  $V_1$  - объем 0,1 н. раствора соли Мора или  $\text{FeSO}_4$ , взятый для титрования, *мл*.

### **Приготовление 0,1 н. раствора $\text{NH}_4\text{VO}_3$ (ванадата аммония)**

Формула  $\text{NH}_4\text{VO}_3$

Мол. вес 116,98

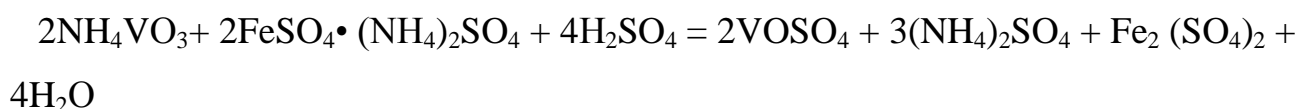
$\text{Э}_{\text{NH}_4\text{VO}_3} = 116,98$

11,7 *г*  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  помещают в стакан емкостью 1 *л* и приливают 150-200 *мл* воды. Затем добавляют небольшими порциями 150 *мл* концентрированной  $\text{H}_2\text{SO}_4$

при непрерывном энергичном помешивании. При добавлении серной кислоты вначале выпадает пятиокись ванадия - бурый осадок, который в дальнейшем растворяется в серной кислоте при взбалтывании. После охлаждения раствор количественно переводят в мерную колбу и доливают водой до 1 л. Кислотность полученного раствора составляет примерно 6 н. Растворы ванадата аммония хранят на рассеянном свете в склянках, хорошо закрытых пробками. Титр остается неизменным в течение нескольких лет.

При отсутствии ванадата аммония реактивной квалификации его можно приготовить из технического путем очистки и перекристаллизации. 100 г  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  растворяют в смеси из 1500 мл воды и 60 мл 25% раствора  $\text{NH}_4\text{OH}$  при нагревании до  $70^\circ \text{C}$ . Дают раствору постоять 40-60 мин и фильтруют через складчатый фильтр. К фильтрату добавляют 20 г сухого  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (или 150 г  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ), выпавший осадок ванадата аммония отсасывают, промывают 2% раствором  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (или дистиллированной водой). Полученную соль перекристаллизовывают из горячей воды 3-4 раза (охлаждая раствор льдом) до исчезновения в фильтрате иона  $\text{Cl}^-$ , а затем промывают спиртом и сушат при  $20-25^\circ \text{C}$  (не выше). Ванадат аммония можно получить также из пятиокиси ванадия, для чего 100 г ее сплавляют со смесью, состоящей из 53 вес. ч.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 69 вес. ч.  $\text{K}_2\text{CO}_3$  и 15 вес. ч.  $\text{KNO}_3$ . Сплав выщелачивают водой, фильтруют и прибавляют 212 г сухого хлорида аммония. Выпавший ванадат аммония перекристаллизовывают, отсасывают и сушат, как описано выше.

#### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{NH}_4\text{VO}_3$ по соли Мора**



К 25-30 мл 0,1 н. раствора соли Мора приливают 50 мл смеси кислот (к 300 мл воды добавляют при перемешивании 100 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и после охлаждения 100 мл  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), 2-3 капли фенилантраниловой кислоты, или 5 капель дифениламина, или 3-5 капель дифениламиносульфоната натрия и медленно при тщательном перемешивании титруют раствором ванадата аммония до изменения цвета рас-

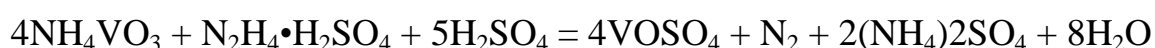
твора от бледно-голубого до вишнево-красного в 1-м случае или до перехода бесцветной окраски в сине-фиолетовую во 2-м случае, или до получения красно-фиолетового окрашивания в 3-м случае.

Такие же объемы соли Мора оттитровывают раствором бихромата с известным титром, применяя тот же индикатор, который применялся и при титровании раствором ванадата. Коэффициент поправки раствора ванадата аммония  $K$  рассчитывают путем сравнения его окислительной способности с таковой бихромата калия:  $K = V \cdot K_1 \cdot V_2 / V_1 \cdot V_3$ , где  $V$  - израсходованный объем раствора бихромата калия, *мл*;  $K_1$  - коэффициент поправки раствора бихромата калия;  $V_2$  - объем соли Мора, взятый для титрования раствором ванадата аммония, *мл*;  $V_1$  - израсходованный объем раствора ванадата аммония, *мл*;  $V_3$  - объем соли Мора, взятый для титрования раствором бихромата калия, *мл*.

Если объемы соли Мора были взяты одинаковыми, тогда множители  $V_2$  и  $V_3$  сокращаются.

#### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{NH}_4\text{VO}_3$ по сульфату гидразина**

Точную навеску дважды перекристаллизованного и высушенного до постоянного веса сульфата гидразина растворяют в избытке ванадата аммония и избыток его оттитровывают 0,1 н. раствором соли Мора. В кислой среде ванадат аммония окисляет гидразин



На 1 *г/мол* гидразина затрачивается 4 *г/экв*  $\text{NH}_4\text{VO}_3$ .

0,15-0,3 *г* сульфата гидразина помещают в колбу для титрования, прибавляют соответственно 25-50 *мл* раствора  $\text{NH}_4\text{VO}_3$ , отмеренных пипеткой или бюреткой, и нагревают раствор до 60-80° С, хорошо перемешивая до прекращения выделения пузырьков азота. Раствор охлаждают и, добавив к нему 3-5 капель фенилантраниловой кислоты, титруют избыток ванадата аммония раствором соли Мора до исчезновения вишнево-красного окрашивания. Затем устанавливают соотношение нормальности растворов ванадата аммония и соли Мора в присутствии 3 капель фенилантраниловой кислоты. По результатам титрования



вычисляют коэффициент пересчета  $K_I$  соли Мора на ванадат аммония, он равен частному от деления количества миллилитров ванадата, взятого для установки соотношения, на количество миллилитров соли Мора, затраченное при установке соотношения.

Коэффициент поправки  $K$  раствора ванадата аммония вычисляют по формуле:

$K = a / (V - V_1 \cdot K_1) \cdot 0.03253$ , где  $a$  – навеска сульфата гидразина, г;  $V$  – объем раствора ванадата аммония, добавленный к гидразину, мл;  $V_1$  – объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование избытка ванадата аммония, мл;  $K_1$  – коэффициент перерасчета соли Мора на ванадат аммония; 0,03253 – количество гидразина, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора  $NH_4VO_3$ , г.

### **Приготовление 0,1 н. раствора $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ (сульфата церия)**

Формула  $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$

Мол. вес 404,295

$\mathcal{E}_{Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O} = 404,295$

К 500 мл воды приливают 30 мл концентрированной  $H_2SO_4$ , перемешивают и всыпают 41 г  $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ , или 64 г  $(NH_4)_2Ce(SO_4)_2$ , или 34 г  $Ce(SO_4)_2$ . Смесь хорошо перемешивают до полного растворения соли. После охлаждения, если раствор мутный, его фильтруют и доводят водой до 1 л.

Раствор сульфата церия можно приготовить из двуокиси церия. 20 г  $CeO_2$  помещают в стакан и растворяют в 500 мл  $H_2SO_4$  (1:1) при перемешивании и нагревают на водяной бане. Растворение продолжают 2-3 ч, пока почти вся навеска двуокиси церия не перейдет в раствор. Стакан покрывают часовым стеклом для предупреждения испарения раствора. Затем его разбавляют водой до 600-700 мл, охлаждают, фильтруют через фильтр (красная лента) в мерную колбу емкостью 1 л и доводят водой до метки. Раствор церия устойчив при хранении и не разлагается при кипячении.

При отсутствии нужных солей четырехвалентного церия двуокись церия может быть получена из сульфата, хлорида или карбоната церия (III); последние

растворяют в 0,5 н. растворе  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Затем церий осаждают избытком насыщенного на холоду раствора щавелевой кислоты, фильтруют и промывают. Отдельные порции промывных вод проверяют аммиачным раствором хлорида кальция для установления полноты отмывки. Полученный осадок высушивают в фарфоровой чашке, затем помещают в муфельную печь и прокаливают сначала при невысокой температуре до сгорания органических веществ, а потом при 700-800° С до превращения  $\text{Ce}_2\text{O}_3$  (белый порошок) в  $\text{CeO}_2$  (кристаллы желтого цвета). При более высокой температуре осадок прокаливать не рекомендуется, так как полученная после этого двуокись церия почти нерастворима в серной кислоте.

#### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ по оксалату натрия**



3-4 навески примерно по 0,2 г  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  помещают в широкогорлые колбы и растворяют в 40-50 мл воды. Затем добавляют 10-20 мл концентрированной  $\text{HCl}$  и 5 мл раствора монохлорида йода. Раствор разбавляют до 100 мл водой, добавляют 1-2 капли ферро-о-фенантролина, нагревают до 50° С и титруют раствором сульфата церия, следя, чтобы температура раствора не снижалась ниже 45° С. (Раствор рекомендуется осторожно перемешивать термометром, чтобы можно было следить за температурой.) Если температура снизится до 45° С, то раствор подогревают снова до 50° С, но не выше, так как индикатор при более высокой температуре разрушается. Раствор, окрашенный в красноватый цвет, титруют до получения бледно-голубого окрашивания, которое должно сохраняться не менее 1 мин.

Коэффициент поправки  $K$  вычисляют по формуле:  $K = a/V \cdot 0,0067$ , где  $a$  – навеска оксалата натрия, г;  $V$  – объем раствора  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ , израсходованный на титрование, мл; 0,0067 – количество оксалата натрия, соответствующее 1 мл точно 0,1 н. раствора  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ , мл.

#### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ по 0,1 н. раствору $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**



В коническую колбу с притертой пробкой емкостью 250-300 *мл* помещают 20-25 *мл* раствора  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ , добавляют 10 *мл* раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:9), 0,5 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 3 г  $\text{KI}$ , быстро закрывают колбу пробкой, перемешивают и оставляют в покое. Через 10 *мин* обмывают пробку водой и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до изменения окраски раствора в соломенно-желтую. Затем добавляют 2 *мл* раствора крахмала и продолжают титровать очень медленно при тщательном перемешивании до обесцвечивания раствора. Параллельно проводят холостое титрование. Для этого к 20-25 *мл* воды добавляют 10 *мл* раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:9), 0,5 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 3 г  $\text{KI}$  и титруют как описано выше.

Коэффициент поправки  $K$  рассчитывают по формуле:  $K = (V - V_1) \cdot K_1 / V_2$ , где  $V$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на титрование раствора сульфата церия, *мл*;  $V_1$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на контрольный опыт, *мл*;  $K_1$  - коэффициент поправки 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $V_2$  - объем 0,1 н. раствора  $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3$ , взятый на титрование, *мл*.

### **Приготовление 0,1 н. раствора железно-аммонийных квасцов**

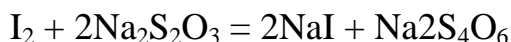
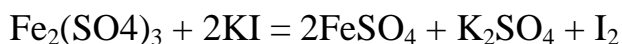
Формула  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$

Мол. вес 964,39

$\text{Э}_{\text{жел.-амм. квасцов}}$  482,195

50 г железно-аммонийных квасцов растворяют в 300 *мл* свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воды.. Раствор фильтруют, прибавляют к нему 30 *мл* концентрированной  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и доводят объем до 1 л.

**Установка титра 0,1 н. раствора железно-аммонийных квасцов по 0,1 н. раствору  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**



В конические колбы емкостью 150-200 *мл* с хорошо пришлифованными пробками отбирают из бюретки 25 *мл* раствора железно-аммонийных квасцов, прибавляют 5 г  $\text{KI}$  и 5 *мл* разбавленной (1:3)  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Колбу закрывают пробкой, ее

содержимое взбалтывают и оставляют стоять в темном месте в течение 5 мин. Затем прибавляют 1 мл 1 % раствора крахмала и титруют 0,1 н. раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  до исчезновения синей окраски.

Коэффициент поправки  $K$  раствора вычисляют по формуле:  $K = V \cdot K_1 / 25$ , где  $V$  - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, мл;  $K_1$  - коэффициент поправки раствора тиосульфата натрия.

Примечание. Титр раствора железо-аммоийных квасцов может быть установлен также по нитрату ртути (I), в присутствии роданида аммония, в качестве индикатора.

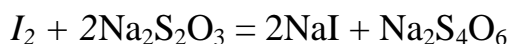
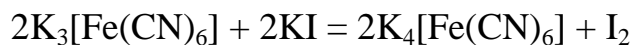
### **Приготовление 0,05 М раствора феррицианида калия (красной кровяной соли)**

Формула  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$

Мол. вес 329,25

Требуемое количество феррицианида калия х.ч. или ч.д.а. (из расчета 16,5 г на 1 л раствора) растворяют в соответствующем объеме воды и тщательно перемешивают. Раствор сохраняют в склянке оранжевого стекла. В случае отсутствия препарата реактивной квалификации, его можно получить из технической соли. Для этого 130 г соли растворяют в 350 мл воды при перемешивании и нагревании до 70° С. Раствор фильтруют, охлаждают, выделившиеся кристаллы отсасывают и сушат при комнатной температуре.

### **Установка титра 0,05 М раствора феррицианида калия по 0,1 н. раствору $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**



В коническую колбу емкостью 300-400 мл с притертой пробкой помещают 30-40 мл раствора  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , прибавляют 30 мл 10% раствора  $\text{ZnSO}_4$ , 3 г KI, закрывают колбу пробкой, тщательно перемешивают раствор и оставляют в покое. Через 10 мин обмывают пробку небольшим количеством воды и титруют

раствором тиосульфата натрия до перехода окраски раствора в соломенно-желтую. Затем прибавляют 2 мл раствора крахмала и продолжают титрование медленно при тщательном перемешивании до обесцвечивания раствора. Параллельно проводят холостое титрование. Для этого к 30-40 мл воды прибавляют все те же реактивы и титруют 0,1 н. раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , как описано выше.

Коэффициент поправки  $K$  раствора вычисляют по формуле:  $K = 2 \cdot (V - V_1) \cdot K_1 / V_2$ , где  $V_1$  – объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на контрольный опыт, мл;  $V$  – объем 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованный на титрование  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , мл;  $K_1$  – коэффициент поправки 0,1 н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;  $V_2$  – объем 0,05 н. раствора  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , взятый на титрование, мл; 2 – соотношение между 0,1 н. раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  и 0,05 н. раствором феррицианида калия.

### **Приготовление 0,1 н. раствора $\text{AgNO}_3$ (нитрата серебра)**

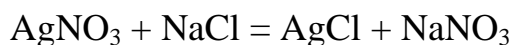
Формула  $\text{AgNO}_3$

Мол. вес 169,87

$\text{Э}_{\text{AgNO}_3} = 169,87$

Требуемое количество нитрата серебра (из расчета 17 г  $\text{AgNO}_3$  на 1 л раствора) растворяют в соответствующем объеме воды, хорошо перемешивают раствор и устанавливают титр по хлориду натрия. Приготовленный раствор защищают от действия света (хранить его следует в склянках из темного стекла или окрашенных снаружи черной краской).

### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{AgNO}_3$ по хлориду натрия**



Берут 3-4 навески хлорида натрия в отдельные бюксы примерно по 0,15 г с точностью до 0,0002 г и сушат их при 120° С до постоянного веса. Затем навески переносят в конические колбы емкостью 250 мл и растворяют в 25 мл воды. Бюкс со следами оставшегося хлорида натрия снова взвешивают и по разности определяют навеску, взятую на титрование. Прибавляют 1-2 капли насыщенного раствора хромата калия и медленно титруют по каплям 0,1 н. раствором

AgNO<sub>3</sub>, сильно взбалтывая жидкость в колбе после добавления каждой последующей капли. Незадолго до точки эквивалентности осадок хлорида серебра коагулируется, и мутный раствор над осадком становится прозрачным. С этого момента титруют еще медленнее, по каплям, при постоянном взбалтывании. В точке эквивалентности наблюдается переход желтой окраски раствора в красновато-коричневую.

Ввиду того, что небольшое количество нитрата серебра расходуется на реакцию с хроматом калия, необходимо вносить индикаторную поправку, для нахождения которой проводят контрольный опыт. Обычно на это расходуется 1-1,5 капли раствора AgNO<sub>3</sub>. Соответствующий объем вычитают из раствора нитрата серебра, затраченного на титрование.

Коэффициент поправки  $K$  нитрата серебра рассчитывают по формуле:  $K = a/V \cdot 0,005844$ , где  $a$  – навеска хлорида натрия, г;  $V$  – объем 0,1 н. раствора AgNO<sub>3</sub>, израсходованный на титрование, мл.; 0,005844 – количество хлорида натрия, соответствующее точно 0,1 н. раствора AgNO<sub>3</sub>, г.

Титр раствора, при отсутствии резких колебаний температур, следует проверять не реже 1 раза в 6 месяцев.

### **Приготовление 0,1 н. раствора NH<sub>4</sub>SCN (роданида аммония)**

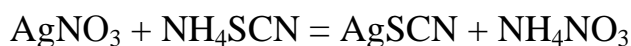
Формула NH<sub>4</sub>SCN

Мол. вес 76,12

$\mathcal{E}_{\text{NH}_4\text{SCN}} = 76,12$

Требуемое количество роданида аммония х. ч. (из расчета 7,6 г на 1 л) растворяют в соответствующем объеме воды, хорошо перемешивают раствор и устанавливают его титр по 0,1 н. раствору AgNO<sub>3</sub>.

### **Установка титра 0,1 н. раствора NH<sub>4</sub>SCN по 0,1 н. раствору AgNO<sub>3</sub>**



В коническую колбу емкостью 250 мл наливают из бюретки 20-25 мл 0,1 н. раствора AgNO<sub>3</sub>. Затем прибавляют 1,5-2 мл раствора железо-аммонийных

квасцов, 5 мл  $\text{HNO}_3$  (1:1) и титруют раствором роданида аммония, приливая его медленно небольшими порциями при постоянном взбалтывании. Под конец происходит коагуляция коллоидного раствора роданида серебра, и мутный раствор над осадком становится прозрачным. Поверхность осадка адсорбирует некоторое количество  $\text{Ag}^+$ , и окраска роданида железа появляется раньше достижения точки эквивалентности. Но эта окраска исчезает, так как ионы серебра постепенно реагируют с ионами  $\text{SCN}^-$ . Титрование прекращают после появления не исчезающего при энергичном взбалтывании коричневатого-розового оттенка раствора.

Коэффициент поправки  $K$  роданида аммония рассчитывают по формуле:  $K = V \cdot K_1 / V_1$ , где  $V$  – объем 0,1 н. раствора  $\text{AgNO}_3$ , взятый для титрования, мл.  $K$  – коэффициент поправки 0,1 н. раствора нитрата серебра;  $V_1$  – объем раствора роданида аммония, израсходованный на титрование, мл.

При отсутствии резких колебаний температур титр раствора проверять не реже одного раза в год.

### **Приготовление 0,1 н. раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ (нитрата ртути I)**

Формула  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Мол. вес 561,22

$\text{Э}_{\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 280,61$

Для приготовления 1 л раствора 28,1 г  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$  х. ч. растворяют в 300-400 мл теплой воды, предварительно подкисленной 10 мл концентрированной  $\text{HNO}_3$ . На каждый 1 л раствора прибавляют 2-3 капли металлической ртути для предотвращения окисления и хорошо перемешивают. Через сутки фильтруют в склянку из темного стекла и вновь вводят 2-3 капли ртути.

### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ по хлориду натрия**

$\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 + 2\text{NaCl} = \text{Hg}_2\text{Cl}_2 + 2\text{NaNO}_3$

Навески  $\text{NaCl}$  берут в отдельные бюксы (около 0,15 г с точностью до 0,0002 г) и сушат до постоянного веса при  $120^\circ\text{C}$ . Затем их переносят в конические кол-

бы емкостью 250 мл и растворяют в 20 мл воды. Бюкс со следами оставшегося хлорида натрия снова взвешивают и по разности определяют навеску, взятую на титрование. К раствору навески добавляют 10 мл  $\text{HNO}_3$  (1:10) и титруют 0,1 н. раствором  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , добавляя к концу титрования 5-6 капель 1% спиртового раствора дифенилкарбазона.

При титровании первой пробы индикатор прибавляют сразу и титруют до появления темно-голубой окраски. Эта проба считается ориентировочной. К последующим пробам индикатор добавляют примерно за 0,5 мл до конца титрования. Чем позже прибавлен индикатор, тем резче переход.

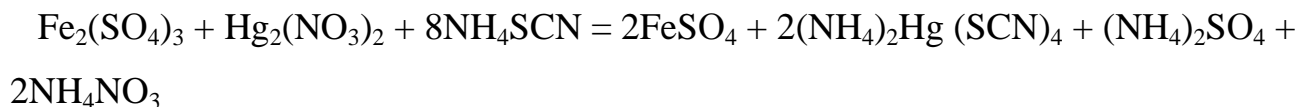
Коэффициент поправки  $K$  рассчитывают по формуле:  $K = a/V \cdot 0.005844$ , где  $a$  – навеска хлорида натрия, г;  $V$  – объем 0,1 н. раствора  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , израсходованный на титрование, мл. 0,005844 – количество хлорида натрия, соответствующее точно 0,1 н. раствора  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ .

При отсутствии резких колебаний температур титр раствора можно проверять один раз в год.

Примечание. При установке титра раствора  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$  из полумикробюреток емкостью 10 мл с ценой деления 0,02 мл берут навески хлорида натрия (предварительно высушенного при 120° С) в количестве 0,045-0,055 г на микровесах в микробюксах. Бюкс вместе с навеской переносят в коническую колбу емкостью 100 мл. Навеску растворяют в 10 мл воды, добавляют 5 мл  $\text{HNO}_3$  кислоты (1:10) и титруют 0,1 н. раствором нитрата закисной ртути, как описано при титровании из обычных макробюреток, добавляя за 0,5 мл до конца титрования 3 капли раствора дифенилкарбазона. При отсутствии микровесов на вески  $\text{NaCl}$  берут на обычных аналитических весах в количестве 0,45—0,55 г и растворяют в воде в мерных колбах емкостью 100 мл. После тщательного перемешивания раствора берут на каждое определение 10 мл и проводят титрование в тех же условиях. При расчете коэффициента поправки учитывают соответствующее разведение.



### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ по 0,1 н. раствору железо-аммонийных квасцов (для реакций восстановления)**



К 20-25 мл 0,1 н. раствора железо-аммонийных квасцов, взятых (из бюретки) в коническую колбу емкостью 400-500 мл, добавляют 200 мл воды, 10 мл раствора азотной кислоты (1:1) и 10 мл 50% раствора роданида аммония (раствор при этом окрашивается в кроваво-красный цвет). Затем титруют 0,1 н. раствором  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , при энергичном взбалтывании, до обесцвечивания раствора, замедляя темп к концу титрования.

Коэффициент поправки  $K$  рассчитывают по формуле:  $K = V \cdot K_1 / V_1$ , где  $V$  – объем 0,1 н. раствора железо-аммонийных квасцов, взятый на титрование, мл.;  $K_1$  – коэффициент поправки 0,1 н. раствора железо-аммонийных квасцов;  $V_1$  – объем раствора  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , израсходованный на титрование, мл.

### **Приготовление 0,1 н. раствора $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ (нитрата ртути II)**

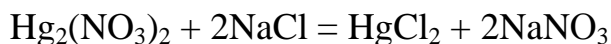
Формула  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$

Мол. вес 333,61

$\text{Э}_{\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}} = 166,805$

Требуемое количество нитрата ртути (II) (из расчета 17 г на 1 л) переносят через воронку в бутыл. Нитрат ртути (II) плохо растворим в воде, поэтому в бутыл. предварительно наливают азотную кислоту (2:3) (из расчета 20 мл на каждый 1 л раствора). После того как соль растворится, раствор разбавляют дистиллированной водой до требуемого объема и тщательно перемешивают. Раствор годен к употреблению через 1-2 дня; он устойчив длительное время, если хранится в склянках из коричневого стекла.

### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ по хлориду натрия**



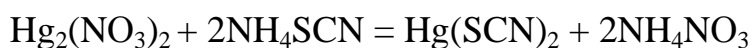
Титр раствора по хлориду натрия устанавливают методом прямого титрования в присутствии индикатора - нитропруссид натрия или дифенилкарбазона.

Берут 3-4 навески хлорида натрия в отдельные бюксы примерно по 0,15-0,18 г с точностью до 0,0002 г и сушат при 120°C до постоянного веса. Затем их переносят в конические колбы емкостью 250 мл и растворяют в 25 мл воды. Бюкс со следами оставшегося хлорида натрия снова взвешивают и по разности определяют навеску, взятую для титрования. К раствору хлорида натрия прибавляют 0,3 мл 10% раствора нитропруссид натрия или 5 капель 2% спиртового раствора дифенилкарбазона и титруют 0,1 н. раствором  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ . Конец титрования определяют по появлению исчезающей мути от образования нитропруссид ртути (если в качестве индикатора применяют нитропруссид натрия) или до появления исчезающего синего окрашивания раствора (если в качестве индикатора используют дифенилкарбазон).

Коэффициент поправки  $K$  раствора нитрата ртути (II) рассчитывают по формуле:

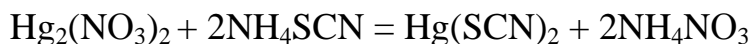
$K = a/V \cdot 0.005844$ , где  $a$  – навеска хлорида натрия, г;  $V$  – объем 0,1 н. раствора  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , израсходованный на титрование, мл.; 0,005844 – количество хлорида натрия, соответствующее точно 0,1 н. раствора  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ .

#### **Установка титра 0,1 н. раствора $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ по 0,1 н. раствору $\text{NH}_4\text{SCN}$**

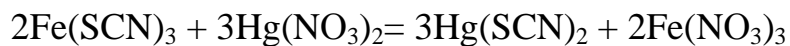


Установку титра раствора нитрата ртути (II) по роданиду аммония производят в присутствии железо-аммонийных квасцов, при этом: а) либо раствор нитрата ртути (II) титруют раствором роданида аммония, б) либо раствор роданида аммония титруют раствором нитрата ртути (II).

а) К 25-30 мл титрованного раствора  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  прибавляют 5 мл насыщенного раствора железо-аммонийных квасцов и титруют 0,1 н. раствором  $\text{NH}_4\text{SCN}$  до появления исчезающего красного окрашивания роданида железа



б) К 25-30 мл 0,1 н. раствора  $\text{NH}_4\text{SCN}$  прибавляют 5 мл насыщенного раствора железо-аммонийных квасцов и титруют 0,1 н. раствором  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  до исчезновения красного окрашивания раствора



Коэффициент поправки  $K$  раствора нитрата ртути (II) рассчитывают по формуле:

$K = V \cdot K_1 / V_1$ , где  $V$  – объем 0,1 н. раствора  $\text{NH}_4\text{SCN}$ , израсходованный на титрование или взятый для титрования, мл.;  $K_1$  – коэффициент поправки 0,1 н. раствора  $\text{NH}_4\text{SCN}$ ;  $V_1$  – объем раствора  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ , израсходованный на титрование, мл.

### **Приготовление 0,1 н. раствора трилона Б**

**(двуназатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты, комплексона III)**

Формула  $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Мол. вес 372,25

$\Sigma = 186,125$

18,6 г препарата растворяют в воде, если нужно фильтруют и разбавляют водой до 1 л. При отсутствии чистого препарата последний можно приготовить очисткой технического. Рекомендуют два способа очистки:

1. Навеску 400-500 г трилона Б в большом стакане заливают 500-700 мл воды и затем, при помешивании стеклянной палочкой, добавляют концентрированный раствор аммиака или 10% раствор  $\text{NaOH}$  до полного растворения осадка (избегая, однако, введения большого избытка щелочи). Раствор (который может быть слегка мутным) отфильтровывают через плотный фильтр и нейтрализуют соляной кислотой (1:1) до тех пор, пока опущенный в стакан кусочек синей индикаторной бумажки конго не окрасится в красно-бурый цвет (рН около 3). Выделившийся при этом осадок этилендиаминтетрауксусной кислоты отфильт-

ровывают через бумажный фильтр, промывают 2-3 раза холодной водой и затем смывают с фильтра водой при помощи промывалки в стакан, в котором производилась нейтрализация. Воду добавляют с таким расчетом, чтобы конечный объем раствора был примерно 500 мл, и нагревают на водяной бане в течение 2-3 ч. Осадок отфильтровывают, промывают на фильтре несколько раз горячей водой и сушат на водяной бане, а затем между листами фильтровальной бумаги. Полученную кислоту переводят в двунатриевую соль растворением в эквивалентном количестве 1 н. раствора NaOH непосредственно перед употреблением титрованного раствора (14,61 г кислоты растворяют в 200 мл 1 н. раствора NaOH и доводят до 1 л).

2.10 г трилона Б растворяют в 100 мл воды и прибавляют спирт до тех пор, пока не выделится не исчезающий осадок. Его отфильтровывают, и прозрачный фильтрат разбавляют равным объемом спирта. Выделяется совершенно чистый трилон Б, который отфильтровывают, промывают спиртом, эфиром и высушивают на воздухе 12 ч. Препарат содержит 99,5% дигидрата и немного влаги. Абсолютно сухой дигидрат можно получить высушиванием при 80°C в течение 4 дней (при 100°C может произойти частичная дегидратация). Дигидрат негигроскопичен.

Для приготовления титрованных растворов может быть использован препарат трилон Б, содержащийся в наборе реактивов для комплексометрического определения жесткости воды. В этом случае очищать его не требуется.

Титр 0,1 н. раствора трилона Б устанавливают по солям цинка, кальция и железа.

#### **Установка титра 0,1 н. раствора трилона Б по металлическому цинку**

Трилон Б образует с ионами цинка в аммиачной среде (рН около 10) прочный комплекс

$\text{ZnCl}_2 + \text{Na}_2\text{H}_2\text{R} = \text{Na}_2\text{ZnR} + 2\text{HCl}$ , где R - радикал этилендиаминтетрауксусной кислоты.

В качестве индикатора применяют хромоген черный, который с ионами цинка образует соединение, окрашенное в вишнево-красный цвет, с трилоном Б дает синее окрашивание. Приготовление растворов для установки титра:

**Раствор хлорида цинка:** точную навеску (3,269 г) чистого металлического цинка, содержащего не менее 99,95% цинка, например, стандартный образец (с.о.) № 73 или реактивный препарат, растворяют в мерной колбе емкостью 1 л в 50-60 мл разбавленной (1:1) HCl. После того как металл растворится, раствор охлаждают и разбавляют водой до метки. Раствор при этом получается точно 0,1 н.

Вместо раствора хлорида цинка можно применять раствор сульфата цинка, приготовленного из перекристаллизованной соли.

**Буферный раствор:** 54 г  $\text{NH}_4\text{Cl}$  растворяют в 100-200 мл воды, смешивают с 350 мл 25% раствора  $\text{NH}_4\text{OH}$  и разбавляют водой до 1 л.

*Проведение титрования.* 25 мл раствора  $\text{ZnCl}_2$  переносят в коническую колбу емкостью 250 мл, нейтрализуют раствором аммиака (или NaOH) до пожелтения раствора (в присутствии метилового красного), добавляют 2 мл буферного раствора и до 100 мл воды. Вносят индикатор хромоген черный и титруют трилоном Б до сине-сиреневого окрашивания. К концу титрования добавляют еще некоторое количество индикатора и дотитровывают до синего окрашивания.

Коэффициент поправки  $K$  раствора трилона Б рассчитывают по формуле:  $K = V/V_1$ , где  $V$  – объем раствора хлорида цинка, взятый на титрование, мл.  $V_1$  – объем 0,1 н. раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл.

При отсутствии резких колебаний температур титр раствора проверяют 1 раз в 6 месяцев.

При установке титра раствора трилона Б из полумикробюретки емкостью 10 мл с ценой деления 0,02 мл берут 8—10 мл раствора  $\text{ZnCl}_2$  и проводят титрование в тех же условиях, как указано выше.

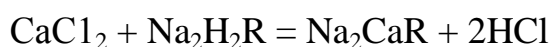
**Установка титра 0,1 н. раствора трилона Б по стандартному раствору**

**кальция**

Установку титра по кальцию возможно производить двумя способами:

- 1) по мурексиду,
- 2) с индикатором хромоген черный в присутствии комплексоната магния (или цинка).

*Установка титра в присутствии мурексида.* Определение основано на образовании ионами кальция с мурексидом малодиссоциированного, прочного при pH около 12 соединения, окрашенного в малиновый цвет. При титровании кальций связывается трилоном Б в еще менее диссоциированный комплекс и мурексид окрашивает щелочной раствор в фиолетовый цвет



где R—радикал этилендиаминтетрауксусной кислоты.

Приготовление стандартного раствора кальция: 5,0045 г  $\text{CaCO}_3$  ч.д.а., высушенного при 100-105° С до постоянного веса, помещают в мерную колбу емкостью 1 л. Навеску растворяют в 20 мл HCl, доводят объем раствора до 1 л и тщательно перемешивают. 1 мл полученного раствора содержит 2,004 мг Ca, т. е. раствор является точно 0,1 н.

*Проведение титрования.* 20-30 мл стандартного раствора кальция разбавляют водой до объема 100 мл, прибавляют 3 мл 20% раствора NaOH (или KOH), 50-100 мг смеси мурексида с хлоридом натрия (внося ее небольшими порциями шпателем до розового окрашивания раствора) и титруют 0,1 н. раствором трилона Б до отчетливого перехода розовой окраски раствора в лилово-фиолетовую.

Коэффициент поправки K раствора трилона Б рассчитывают по формуле:  $K = V/V_1$ , где V – объем стандартного раствора кальция, взятый для титрования, мл.;  $V_1$  – объем 0,1 н. раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл.

*Установка титра с индикатором хромоген черный в присутствии комплексоната магния (или цинка).* При прямом титровании кальция трилоном Б в присутствии индикатора хромоген черный переход окраски в точке эквивалентности недостаточно четок. Ввиду этого рекомендуют в испытуемый раствор при-

бавлять небольшое количество комплексоната магния (или цинка). Вследствие протекающей реакции вытеснения кальцием магния (или цинка) переход окраски хромоген черного становится отчетливым, так как конец титрования устанавливается по исчезновению из растворов ионов магния (или цинка).

Приготовление растворов для установки титра: Раствор комплексоната магния (или цинка) готовят следующим образом. К 10 мл 0,1 н. раствора  $MgSO_4$  (или  $ZnSO_4$ ) добавляют 10 мл 0,1 н. раствора трилона Б. Смесь нейтрализуют едким натром до  $pH=8-9$  (по фенолфталеиновой или универсальной индикаторной бумажке), вводят 0,5 мл буферной смеси и индикатор хромоген черный. Если окраска раствора грязно-фиолетовая, то комплексонат годен к употреблению. Если окраска раствора синяя, то следует добавить сульфат магния (или  $ZnSO_4$ ) до появления грязно-фиолетовой окраски, если же раствор имеет сиреневую окраску, добавляют трилон Б.

*Проведение титрования.* 30 мл стандартного раствора кальция нейтрализуют 25% раствором  $NH_4OH$  по метиловому красному, добавляют 2 мл буферного раствора, 2 мл комплексоната магния (или цинка) и до 100 мл воды. Титруют трилоном Б в присутствии индикатора хромоген черный до сине-сиреневого окрашивания, добавляют еще небольшое количество индикатора и дотитровывают до синего окрашивания. Коэффициент поправки рассчитывают по формуле, указанной выше. При отсутствии резких колебаний температур титр раствора можно проверять через 5-6 месяцев.

### 3.Лабораторная работа

**Тема:** «Приготовление титрованных растворов»

**Цель работы.** Приобрести умения по приготовлению титрованных растворов. используемые в фармацевтическом анализе.

**Самостоятельная подготовка.** Титрованные растворы. Общая характеристика, использование в аналитической химии и фармацевтическом анализе, классификация (по методам анализа). Молярность, титр, титр титранта по определяемому веществу, условная частица (УЧ), способы расчета молярности (М) и поправочного коэффициента к молярности. Методики приготовления титрованных растворов. Хранение титрованных растворов.

**Задание 1. Приготовить 0,5М раствор кислоты хлористоводородной и привести его к заданной концентрации.**

Объем приготовленного раствора определяется преподавателем.

1)Рассчитать титр 0,5 М раствора кислоты хлористоводородной и массу хлороводорода для приготовления заданного объема 0,5 М раствора кислоты.

2)Рассчитать массу и объем 37% раствора кислоты хлористоводородной, необходимого для приготовления 0,5 М раствора.

3)Приготовить 0,5 М раствор кислоты хлористоводородной в соответствии с проведенными расчетами.

4)Установить титр раствора по точной массе карбоната натрия. Для установления титра используйте точную массу карбоната натрия (около 0,6 г) и метиловый оранжевый в качестве индикатора.

5)Рассчитать коэффициент поправки приготовленного раствора.

6)Провести необходимые расчеты для укрепления или разбавления раствора и выполнить практически укрепление или разбавление раствора.

7)Повторить операции по установке титра раствора и коэффициента поправки.

**Задание 2. Приготовить 0,1 М раствор роданида (тиоцианата) аммония и привести его к заданной концентрации.**



1) Рассчитать титр 0,1 М раствора аммония роданида, массу навески для приготовления заданного объема раствора (М.м. ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) 74,12 г/моль). При приготовлении титрованного раствора берется масса навески роданида аммония несколько более рассчитанной.

2) Приготовить 0,1 М титрованный раствор роданида аммония. Рассчитанную массу роданида аммония помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем водой до метки. Раствор тщательно перемешивают.

3) Установить титр приготовленного раствора по титрованному раствору нитрата серебра. К 25 мл раствора серебра нитрата (0,1 М) прибавляют 50 мл воды, 2 мл кислоты азотной, 2 мл раствора железоаммониевых квасцов и титруют приготовленным раствором роданида аммония до желто-розового окрашивания раствора. Молярность раствора вычисляют по второму способу.

4) Вычислить коэффициент поправки.

5) Далее провести все операции как указано в задании 1.

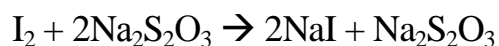
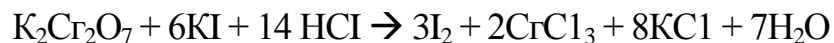
**Задание 3. Приготовить 0,1 М раствор тиосульфата натрия и привести его к заданной концентрации.**

1) Рассчитать титр 0,1 М раствора, массу навески тиосульфата натрия, необходимую для приготовления заданного объема раствора (М.м. ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 248,17 г/моль). При приготовлении титрованного раствора берется масса навески тиосульфата натрия несколько более рассчитанной.

2) Приготовить 0,1 М титрованный раствор тиосульфата натрия. Рассчитанную массу тиосульфата натрия и 0,1 г карбоната натрия безводного растворяют в воде в мерной колбе и доводят объем водой до метки. Раствор оставляют на 2 суток в защищенном от света месте. При наличии осадка жидкость сливают с осадка.

3) Установить титр приготовленного раствора. Около 0,15 г (точная масса) дихромата калия растворяют в 50 мл воды в колбе с притертой пробкой, прибавляют 2 г иодида калия, 5 мл кислоты хлороводородной 25%, закрывают пробкой, смоченной раствором иодида калия и оставляют в защищенном от

света месте на 10 минут. Прибавляют 100 мл воды, обмывая пробку водой, и титруют приготовленным раствором тиосульфата натрия до появления зелено-вато-желтого окрашивания. Затем прибавляют 2 мл раствора крахмала и продолжают титровать до перехода синей окраски в светло-зеленую:



4) Молярность раствора вычисляют по первому способу.

5) Далее поступают, как указано выше (задание 1, пункты 4-7).

При наличии ГФ XI и исходных веществ приготовить другие титрованные растворы (табл.1).

**Таблица 1**

### Титрованные растворы

№	Наименование раствора	Концентрации титрованных растворов	Способ установления титра
1	Раствор кислоты хлористоводородной	1; 0,5; 0,1; 0,05; 0,02; 0,01	По точной массе натрия карбоната
2	Раствор натрия гидроксида	1; 0,5; 0,1; 0,05; 0,02; 0,01	По точной массе калия гидрофталата
3	Раствор кислоты хлорной	1; 0,5; 0,1; 0,05; 0,02; 0,01	По точной массе калия гидрофталата
4	Раствор серебра нитрата	0,1; 0,05	По точной массе натрия хлорида
5	Раствор ртути окисной нитрата	0,1	По точной массе натрия хлорида
6	Раствор аммония роданида (тиоционата)	0,1	По 0,1М раствору серебра нитрата

7	Раствор трилона Б	0,05	По точной массе металлического цинка
8	Раствор йода	0,1; 0,01	По 0,1М раствору натрия тиосульфата
9	Раствор натрия тиосульфата	0,1; 0,02; 0,01	По точной массе калия дихромата
10	Раствор калия бромата	0,1	По 0,1М раствору натрия тиосульфата
11	Раствор калия перманганата	0,1	По точной массе натрия оксалата
12	Раствор церия сульфата	0,1; 0,01	По 0,1М раствору натрия тиосульфата

### Список использованных источников

1. Сусленникова В. М., Киселева Е. К. Руководство по приготовлению титрованных растворов. Изд. 5-е, Изд-во «Химия», Л., 1973, -144 с.
2. Воскресенский П.И. "Техника лабораторных работ" 9 изд., М.: Химия, 1969. - С. 153-173
3. Химическая посуда: Методические указания к лабораторной работе / Сост. В.П. Кузьмичева. – Великий Новгород: НовГУ, 2005.
4. Петров А.Ю., Зырянов В.А., Кинев М.Ю. Методические указания и материалы по фармацевтической химии (для практических занятий №6-9 у студентов 3 курса)./ Под редакцией проф. Петрова А.Ю. – Екатеринбург: УГМА, 2011. – 272 с.
5. Общие фармакопейные методы анализа (избранные главы): Учеб. пособие/ Чекрышкина Л.А., Киселева А.А., Березина Е.С., Чиркова З.Г./ Под ред.Л.А. Чекрышкиной. – 2-е издание, дополненное – Пермь: Издательство ПГФА, 2008. – 65 с.
6. Практическое руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии для студентов III курса / Ярыгина Т.И., Визгунова О.Л., Дубовик В.А. и др. / Под ред.Л.М.Коркодиновой – Пермь: Издательство ПГФА, 2008. – 100 с.

## ПРИЛОЖЕНИЕ №1

### Тестовые задания для студентов по теме “Титрованные растворы”

**1. Растворы точно известной концентрации, предназначенные для количественного определения лекарственных веществ титриметрическими методами, называются:**

- А) титрованными
- Б) стандартными
- В) рабочими
- Г) молярными
- Д) верно все

**2. Молярность – это выраженное в молях количество растворенного вещества, содержащееся в:**

- А) в 1 л раствора
- Б) в 1 мл раствора
- В) в 1 г вещества
- Г) в 10 л раствора
- Д) в 100 мл раствора

**3. Молярность вычисляется как:**

- А) отношение объема раствора к количеству растворенного вещества
- Б) отношение количества растворенного вещества к объему раствора
- В) сумма объема растворителя и субстанции
- Г) произведение объема раствора и количества растворенного вещества
- Д) разность общего объема и массы вещества

**4. Укажите размерность молярности**

- А) г/мл
- Б) кг/л
- В) т/л
- Г) моль/л
- Д) г

**5. Укажите размерность титра**

- А) г/мл
- Б) кг/мл
- В) моль/л
- Г) г
- Д) моль

**6. Титр – это...**

- А) произведение объема раствора и количества растворенного вещества
- Б) отношение объема раствора к количеству растворенного вещества
- В) произведение массы растворенного вещества к объему раствора
- Г) отношение объема раствора к массе растворенного вещества
- Д) отношение массы растворенного вещества к объему раствора

**7. Титр титранта по определяемому веществу - это**

- А) отношение массы растворенного вещества к объему раствора
- Б) выраженная в кг масса определяемого вещества, эквивалентная 1 мл данного титранта

В) выраженная в граммах масса определяемого вещества, эквивалентная 1 литру данного титранта

Г) выраженная в граммах масса определяемого вещества, эквивалентная 1 мл данного титранта

Д) выраженная в тоннах масса определяемого вещества, эквивалентная 1 тонне данного титранта

**8. Укажите размерность титра по определяемому веществу**

А) г/мл

Б) кг/мл

В) моль/л

Г) г

Д) моль

**9. Молярная масса эквивалента вещества – это**

А) отношение массы 1 моля этого вещества на фактор эквивалентности или условную частицу

Б) произведение массы 1 грамма этого вещества на фактор эквивалентности или условную частицу

В) произведение массы 1 моля этого вещества на фактор эквивалентности или условную частицу

Г) отношение массы растворенного вещества к объему раствора

Д) выраженная в тоннах масса определяемого вещества, эквивалентная 1 тонне данного титранта

**10. Сколько способов вычисления молярности, согласно ГФ XI вы знаете**

А) 1

Б) 2

В) 3

Г) 4

Д) 5

**11. Вычисления молярности (способ 1) проводится по**

А) точной массе химически чистого вещества

Б) титрованному раствору известной концентрации

**12. Вычисления молярности (способ 2) проводится по**

А) точной массе химически чистого вещества

Б) титрованному раствору известной концентрации

**13. Поправочный коэффициент (К) – это**

А) разница фактической концентраций титрованного раствора и теоретической

Б) произведение теоретически заданной концентрации титрованного раствора к фактической заданной

В) отношение теоретически заданной концентрации титрованного раствора к фактической заданной

Г) отношение фактической концентрации титрованного раствора к теоретически заданной

Д) произведение массы 1 грамма этого вещества на фактор эквивалентности или условную частицу

**14. Поправочный коэффициент согласно ГФ XI должен находиться в пределах**

- А) 1,0
- Б) от 0,99 до 1,1
- В) от 0,98 до 1,2
- Г) от 0,98 до 1,02
- Д) от 0,95 до 1,2

**15.Если поправочный коэффициент приготовленного титрованного раствора равен 0,99, приготовленный раствор следует**

- А) укрепить
- Б) разбавить
- В) оставить без изменений

**16.Если поправочный коэффициент приготовленного титрованного раствора равен 0,97, приготовленный раствор следует**

- А) укрепить
- Б) разбавить
- В) оставить без изменений

**17.Если поправочный коэффициент приготовленного титрованного раствора равен 1,03, приготовленный раствор следует**

- А) укрепить
- Б) разбавить
- В) оставить без изменений

**18.1 мл титрованного 0,05 моль/л раствора натра едкого (М.м. = 40,00 г/моль) содержит натрия гидроксида**

- А) 0,0400 г
- Б) 0,0040 г
- В) 0,0200 г
- Г) 0,200 г
- Д) 0,0800г

**19.1 мл титрованного 0,1 моль/л раствора йода – УЧ =1/2 I<sub>2</sub> (М.м. = 253.80 г/моль) содержит йода**

- А) 0,012690 г
- Б) 0,001269 г
- В) 0,02538 г
- Г) 0,002538 г
- Д) 0,005870 г

**20.Рассчитайте навеску калия бромата (М.м. =167,0) для приготовления 5,0л титрованного раствора 0,1 моль/л УЧ (1/6 KBrO<sub>3</sub>)**

- А) 0,1392 г
- Б) 0,01392 г
- В) 0,001392 г
- Г) 1,392 г
- Д) 13,92 г

**21.Рассчитайте навеску концентрированной хлористоводородной кислоты (М.м. = 36,46) для приготовления 1 л 0,5моль/л раствора хлористоводородной . Концентрированная хлористоводородная кислота содержит 36,5% хлороводорода**

- А) 55 г
- Б) 50 г
- В) 5 г
- Г) 25 г
- Д) 12,5 г

**22. Составьте пары: титрованный раствор – вещество, по которому устанавливается титр:**

- |                                       |                          |
|---------------------------------------|--------------------------|
| 1. Раствор хлористоводородной кислоты | А) серебра нитрат        |
| 2. Раствор аммония роданида           | Б) карбонат натрия       |
| 3. Раствор натра едкого               | В) калия гидрофталат     |
| 4. Раствор калия перманганата         | Г) кислота сульфаниловая |
| 5. Раствор натрия нитрита             | Д) натрия оксалат        |

**23. Раствор хлорной кислоты для титрования в неводных средах готовят растворением навески кислоты в:**

- А) спирте этиловом
- Б) воде очищенной
- В) кислоте уксусной ледяной
- Г) уксусном ангидриде

**24. В случае укрепления титрованного раствора разность между К и единицей:**

- А) умножают на количество граммов исходного вещества
- Б) умножают на 1000
- В) делят на 1000
- Г) делят на количество граммов исходного вещества

**25. Укажите, какие реактивы необходимы для установления титра (молярности) при-готовленного титрованного раствора тиосульфата натрия:**

- 1. хлористоводородная кислота
- 2. раствор йода
- 3. раствор крахмала
- 4. калия дихромат
- 5. калия бромид
- 6. калия йодид
- А) правильный ответ – 1,2,3,4
- Б) правильный ответ – 3,4,6
- В) правильный ответ – 3,4,5
- Г) правильный ответ – 1,3,4,6

**26. Какие 0,1 моль/л растворы рекомендует ГФХ для неводного титрования:**

- 1. раствор натрия гидроксида в смеси метилового спирта и бензола
- 2. раствор калия гидроксида спиртовой
- 3. раствор хлорной кислоты
- 4. раствор калия гидроксида водно-спиртовой
- 5. раствор натрия метилата
- 6. раствор хлорной кислоты в нитрометане
- А) правильный ответ – 1,2,3,5
- Б) правильный ответ – 1,3,5,6



В) правильный ответ – 2,3,4,5

Г) правильный ответ – 3,4,5,6

**27. Составьте пары: титрованный раствор – уравнение химической реакции при установке титра по ГФ XI**

- |  |  |
|--|--|
| 1. раствор тиосульфата натрия            | а) $I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$   |
| 2. раствор роданида (тиоционата) аммония | б) $K_2Cr_2O_7 + 6KI + 14HCl \rightarrow 3I_2 + 2CrCl_3 + 8KCl + 7H_2O$<br>$I_2 + Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$        |
| 3. раствор хлористоводородной кислоты    | в) $NH_4CNS + AgNO_3 \rightarrow AgCNS \downarrow + NH_4NO_3$<br>$3NH_4CNS + NH_4Fe(SO_4)_2 \rightarrow Fe(CNS)_3 + 2(NH_4)_2SO_4$ |
| 4. раствор йода                          | г) $2HCl + Na_2CO_3 \rightarrow 2NaCl + CO_2 \uparrow + H_2O$  |

**28. Для некоторых приготовленных титрованных растворов по ГФ XI концентрацию (М) вычисляют по формуле:**  $M = \frac{a \cdot 1000}{\varepsilon \cdot V}$ .

Составьте пары: индекс – значение:

- |      |   |
|------|---|
| 1. М | А) молярная масса эквивалента химически чистого вещества    |
| 2. а | Б) объем раствора, пошедшего на титрование навески (мл)     |
| 3. Э | В) навеска химически чистого вещества (г)                   |
| 4. V | Г) концентрация (молярность) титрованного раствора (моль/л) |

**29. Составьте пары: наименование титрованного раствора – фактор эквивалентности ( $f_{\text{экв}}$ ) исходного вещества:**

- |  |        |
|--|--------|
| 1. раствор калия бромата ( $KBrO_3$ )                      | А) 1   |
| 2. раствор йодмоноклорида ( $ICl$ )                        | Б) 1/5 |
| 3. раствор натрия тиосульфата ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ) | В) 1/6 |
| 4. раствор калия перманганата ( $KMnO_4$ )                 | Г) 1/2 |

**30. При приготовлении титрованного раствора исходное вещество взвешивают с точностью:**

1. до 0,0001
  2. до 0,01
  3. до 0,001
  4. отмеривают в мл
- А) правильный ответ – 2,3,4  
Б) правильный ответ – 1,3,4  
В) правильный ответ – 1,2,3,4  
Г) правильный ответ – 2,4

## ПРИЛОЖЕНИЕ №2

### Методики приготовления титрованных растворов (ГФ XI, вып.2, стр.61-81)

#### Раствор аммония роданида (0,1 моль/л)

$\text{NH}_4\text{SCN}$

М. м. 76,12

1 мл раствора содержит 0,007612 г аммония роданида.

**Приготовление.** 7,7 г аммония роданида растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

**Установка титра.** К 25 мл раствора серебра нитрата (0,1 моль/л) прибавляют 50 мл воды, 2 мл азотной кислоты, 2 мл раствора железоаммониевых квасцов и титруют приготовленным раствором аммония роданида до желто-розового окрашивания раствора. Молярность раствора вычисляют по второму способу.

#### Раствор кали едкого спиртовой (0,5 моль/л)

$\text{KOH}$

М. м. 56,11

1 мл раствора содержит 0,02806 г калия гидроокиси.

**Приготовление.** 33 г кали едкого растворяют в 20 мл воды в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора очищенным спиртом до 1 л. Раствор оставляют на 24 ч. Сливают прозрачную жидкость с осадка в стеклянный сосуд с хорошо подобранной резиновой пробкой.

**Примечание.** Получение очищенного спирта: смесь в соотношении 1 л 95% спирта и 10 г кали едкого кипятят с обратным холодильником в течение 30 мин и затем спирт отгоняют.

**Установка титра.** 25 мл раствора хлористоводородной кислоты (0,5 моль/л) титруют приготовленным раствором кали едкого до слабо - розового окрашивания (индикатор - фенолфталеин). Молярность раствора вычисляют по второму способу.

Титр раствора устанавливают каждый раз перед применением.

Хранить в склянках с резиновыми пробками в защищенном от света месте.

#### Раствор кали едкого спиртовой (0,1 моль/л)

1 мл раствора содержит 0,005611 г калия гидроокиси.

**Приготовление.** 200 мл раствора кали едкого спиртового (0,5 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора очищенным спиртом до метки.

**Установка титра.** 25 мл раствора хлористоводородной кислоты (0,1 моль/л) титруют приготовленным раствором кали едкого до слабо - розового окрашивания (индикатор - фенолфталеин). Молярность раствора вычисляют по второму способу.

Титр раствора устанавливают каждый раз перед применением.

Хранить в стеклянных сосудах с резиновыми пробками в защищенном от света месте.

#### Раствор кали едкого водно - спиртовой (1 моль/л)

1 мл раствора содержит 0,05611 г калия гидроокиси.

Приготовление. 66 г кали едкого растворяют в 450 мл воды в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора очищенным спиртом до метки. Раствор оставляют на 24 ч. Сливают прозрачную жидкость с осадка в стеклянный сосуд с хорошо подобранной резиновой пробкой.

Установка титра. 25 мл раствора хлористоводородной кислоты (1 моль/л) титруют приготовленным раствором кали едкого до слабо-розового окрашивания (индикатор - фенолфталеин).

Молярность раствора вычисляют по второму способу.

Титр раствора устанавливают каждый раз перед применением.

Хранить в стеклянных сосудах с резиновыми пробками в защищенном от света месте.

### **Раствор кали едкого водно - спиртовой (0,05 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,002806 г калия гидроокиси.

Приготовление. 100 мл раствора кали едкого спиртового (0,5 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, прибавляют 400 мл воды и доводят объем раствора очищенным спиртом до метки.

Установка титра. 25 мл раствора хлористоводородной кислоты (0,05 моль/л) титруют приготовленным раствором кали едкого до слабо - розового окрашивания (индикатор - фенолфталеин).

Молярность раствора вычисляют по второму способу.

Раствор применяют свежеприготовленным.

### **Раствор натра едкого (1 моль/л)**

NaOH

М. м. 40,00

1 мл раствора содержит 0,0400 г натрия гидроокиси.

Приготовление исходного раствора. 160 г натра едкого растворяют в 300 мл воды, сосуд плотно закрывают резиновой пробкой и оставляют до следующего дня. Прозрачную жидкость сливают с осадка и используют для приготовления растворов натра едкого.

Хранить в стеклянных банках, плотно закупоренных резиновыми пробками.

Приготовление раствора натра едкого (1 моль/л). 80 мл исходного раствора натра едкого помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Проверка на содержание карбонатов. 45 мл раствора хлористоводородной кислоты (1 моль/л) титруют приготовленным раствором натра едкого (индикатор - фенолфталеин). К оттитрованному раствору прибавляют по каплям раствор хлористоводородной кислоты (1 моль/л) до исчезновения розового окрашивания и кипятят до уменьшения объема (около 20 мл). В процессе кипения при возникновении розового окрашивания прибавляют раствор хлористоводородной кислоты (1 моль/л) до обесцвечивания.

Раствор охлаждают и в случае наличия розовой окраски прибавляют раствор хлористоводородной кислоты до обесцвечивания. Суммарное количество прибавленного раствора хлористоводородной кислоты не должно превышать 0,1 мл.

Установка титра. Около 5 г (точная навеска) калия гидрофталата, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 град. С в течение 2 ч, растворяют в 75 мл воды и титруют приготовленным раствором натра едкого (индикатор - фенолфталеин). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Титр раствора устанавливают каждый раз перед применением.

Хранить в стеклянных сосудах, плотно закупоренных резиновыми пробками.

Стеклянные сосуды, соединенные с бюретками, предохраняют трубками с натронной известью.

### **Раствор натра едкого (0,5 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,0200 г натрия гидроокиси.

Приготовление. 40 мл исходного раствора натра едкого помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Проверка на содержание карбонатов. Проводят, как описано при приготовлении раствора натра едкого (1 моль/л). Для определения берут 45 мл раствора хлористоводородной кислоты (0,5 моль/л).

Установка титра. Около 2,5 г (точная навеска) калия гидрофталата, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 град. С в течение 2 ч, растворяют в 50 мл воды и далее поступают так же, как при установке титра раствора натра едкого (1 моль/л).

### **Раствор натра едкого (0,1 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,0040 г натрия гидроокиси.

Приготовление. 8 мл исходного раствора натра едкого помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Проверка на содержание карбонатов. Проводят, как описано при приготовлении раствора натра едкого (1 моль/л). Для определения берут 45 мл раствора хлористоводородной кислоты (0,1 моль/л).

Установка титра. Около 0,5 г (точная навеска) калия гидрофталата, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 град.С в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды и далее поступают так же, как при установке титра раствора натра едкого (1 моль/л).

### **Раствор натра едкого (0,05 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,0020 г натрия гидроокиси.

Приготовление. 4 мл исходного раствора натра едкого помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Проверка на содержание карбонатов. Проводят, как описано при приготовлении раствора натра едкого (1 моль/л). Для определения берут 45 мл раствора хлористоводородной кислоты (0,05 моль/л).

Установка титра. Около 0,25 г (точная навеска) калия гидрофталата, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 град. С в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды и далее поступают так же, как при установке титра раствора натра едкого (1 моль/л).

Раствор в запас не готовят.

#### **Раствор натра едкого (0,02 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,0008 г натрия гидроокиси.

Приготовление. 1,6 мл исходного раствора натра едкого помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Проверка на содержание карбонатов. Проводят, как описано при приготовлении раствора натра едкого (1 моль/л). Для определения берут 45 мл раствора хлористоводородной кислоты (0,02 моль/л).

Установка титра. Около 0,1 г (точная навеска) калия гидрофталата, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 град. С в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды и далее поступают так же, как при установке титра раствора натра едкого (1 моль/л).

Раствор в запас не готовят.

#### **Раствор натра едкого (0,01 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,0004 г натрия гидроокиси.

Приготовление. 0,8 мл исходного раствора натра едкого помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Проверка на содержание карбонатов. Проводят как описано при приготовлении раствора натра едкого (1 моль/л). Для определения берут 45 мл раствора хлористоводородной кислоты (0,01 моль/л).

Установка титра. Около 0,05 г (точная навеска) калия гидрофталата, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 град. С в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды и далее поступают так же, как при установке титра раствора натра едкого (1 моль/л).

Раствор в запас не готовят.

#### **Раствор натра едкого в смеси метилового спирта и бензола (0,1 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,0040 г натрия гидроокиси.

Приготовление. 4,2 г натра едкого растворяют в 100 мл метилового спирта в мерной колбе вместимостью 1 л. Объем раствора доводят бензолом и метиловым спиртом до метки, прибавляя их попеременно при помешивании. Соотношение метилового спирта и бензола при приготовлении раствора должно быть примерно 1:4.

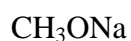
Примечание. В случае получения непрозрачного раствора его оставляют на 12 ч, после чего прозрачную жидкость быстро сливают с осадка.

Установка титра. Около 0,1 г (точная навеска) бензойной кислоты х.ч. растворяют в 20 мл диметилформамида, нейтрализованного непосредственно перед титрованием по тимоловому синему в диметилформамиде, и титруют приготовленным раствором натра едкого в присутствии того же индикатора до перехода окраски от желтой к синей. Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Титр раствора устанавливают каждый раз перед применением.

Примечание. Установку титра следует проводить в тщательно закрытых сосудах. Титрование рекомендуется проводить в атмосфере инертного газа.

### **Раствор натрия метилата (0,1 моль/л)**



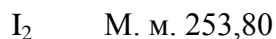
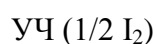
М. м. 54,02

1 мл раствора содержит 0,005402 г натрия метилата.

Приготовление. Около 2,3 г свежеочищенного от окисной пленки металлического натрия малыми порциями растворяют в 300 мл метилового спирта в мерной колбе вместимостью 1 л, охлаждая колбу в ледяной воде. После полного растворения металла объем раствора доводят бензолом или толуолом, постепенно помешивая, до метки.

Установка титра. Проводят так же, как в случае установки титра раствора натра едкого в смеси метилового спирта и бензола (0,1 моль/л).

### **Раствор йода (0,1 моль/л)**



1 мл раствора содержит 0,01269 г йода.

Приготовление. 13 г кристаллического йода растворяют в растворе 36 г калия йодида в 50 мл воды в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. К 25 мл раствора натрия тиосульфата (0,1 моль/л) прибавляют 25 мл воды и титруют приготовленным раствором йода до синего окрашивания (индикатор - крахмал). Молярность раствора вычисляют по второму способу. Титр раствора устанавливают каждый раз перед применением.

Хранить в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

### **Раствор йода (0,01 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,001269 г йода.

Приготовление. 100 мл раствора йода (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. К 25 мл раствора натрия тиосульфата (0,01 моль/л) прибавляют 25 мл воды и далее поступают, как описано при установке титра раствора йода (0,1 моль/л).

Раствор в запас не готовят.

### **Раствор йодмоноклорида (0,1 моль/л)**

УЧ ( $1/2 \text{ ICl}$ )

$\text{ICl}$  М. м. 162,36

1 мл раствора содержит 0,008118 г йодмоноклорида.

Приготовление. 5,53 г калия йодида и 3,55 г калия йодата помещают в стеклянный сосуд с притертой пробкой, прибавляют 50 мл воды, 40 мл концентрированной хлористоводородной кислоты и взбалтывают до полного растворения образующегося при реакции йода; затем прибавляют 10 мл хлороформа, переносят в делительную воронку и снова взбалтывают. Если хлороформный слой окрашивается в фиолетовый цвет, прибавляют по каплям 1% раствор калия йодата при сильном взбалтывании до обесцвечивания хлороформного слоя. Если же хлороформный слой остается бесцветным, прибавляют по каплям 1% раствор калия йодида до появления слабо - розовой окраски. После отстаивания водный слой сливают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки. Раствор должен иметь лимонно - желтый цвет.

Установка титра. 25 мл приготовленного раствора йодмоноклорида помещают в колбу с притертой пробкой, прибавляют 1 г калия йодида и оставляют в защищенном от света месте на 15 мин. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия (0,1 моль/л) (индикатор - крахмал). Молярность раствора вычисляют по второму способу.

Титр раствора устанавливают каждый раз перед применением.

Хранить в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

### **Раствор калия бромата (0,1 моль/л)**

УЧ ( $1/6 \text{ KBrO}_3$ )

$\text{KBrO}_3$  М. м. 167,00

1 мл раствора содержит 0,002784 г калия бромата.

Приготовление. 2,80 г калия бромата растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. 25 мл приготовленного раствора калия бромата помещают в колбу с притертой пробкой, прибавляют 100 мл воды, 5 мл хлористоводородной кислоты, тотчас закрывают пробкой и взбалтывают. Затем прибавляют 2 г калия йодида, растворенного в 10 мл воды, снова закрывают пробкой, взбалтывают и оставляют на 5 мин в защищенном от света месте. Выделившийся йод титруют раствором натрия тиосульфата (0,1 моль/л) (индикатор - крахмал). Молярность раствора вычисляют по второму способу.

Хранить в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

### **Раствор калия бихромата (0,1 моль/л)**

УЧ ( $1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

М. м. 294,18

1 мл раствора содержит 0,004903 г калия бихромата.

Приготовление. Около 4,903 г (точная навеска) калия бихромата, перекристаллизованного из горячей воды, тонко растертого и высушенного при температуре от 130 до 150 град. С до постоянной массы, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки. Молярность раствора вычисляют, исходя из величины навески.

#### **Раствор калия йодата (0,1 моль/л)**

УЧ ( $1/6 \text{ KIO}_3$ )

$\text{KIO}_3$

М. м. 214,00

1 мл раствора содержит 0,003567 г калия йодата.

Приготовление. Около 3,567 г (точная навеска) калия йодата х.ч., предварительно высушенного при температуре 110 град. С до постоянной массы и тонко растертого, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. 20 мл приготовленного раствора калия йодата помещают в колбу с притертой пробкой, прибавляют 100 мл воды, 25 мл разведенной серной кислоты, 2 г калия йодида и оставляют на 10 мин в защищенном от света месте. Выделившийся йод титруют раствором натрия тиосульфата (0,1 моль/л) (индикатор - крахмал).

Молярность раствора вычисляют по второму способу.

Хранить в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

#### **Раствор калия перманганата (0,1 моль/л)**

УЧ ( $1/5 \text{ KMnO}_4$ )

$\text{KMnO}_4$

М. м. 158,03

1 мл раствора содержит 0,003161 г калия перманганата.

Приготовление. 3,3 г калия перманганата растворяют в 1 л воды в конической колбе вместимостью 2 л и кипятят раствор в течение 10 мин. Закрывают пробкой, оставляют на 2 сут и затем фильтруют через стеклянный фильтр N 2.

Установка титра. Около 0,2 г (точная навеска) натрия оксалата, высушенного при температуре 110 град. С до постоянной массы, растворяют в 80 мл разведенной серной кислоты, нагревают до 70 град. С и медленно титруют приготовленным раствором калия перманганата до слабо - розового окрашивания, устойчивого в течение 15 с. При окончании титрования температура раствора не должна быть ниже 60 град. С. Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Титр раствора устанавливают каждый раз перед применением.

Хранить в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

#### **Раствор натрия нитрита (0,1 моль/л)**

$\text{NaNO}_2$  М. м. 69,00

1 мл раствора содержит 0,0069 г натрия нитрита.



Приготовление. 7,3 г натрия нитрита растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. Около 0,2 г (точная навеска) сульфаниловой кислоты, дважды перекристаллизованной из воды и высушенной при температуре 120 град. С до постоянной массы, помещают в толстостенный стакан, прибавляют 0,1 г натрия гидрокарбоната, растворяют в 10 мл воды, прибавляют 60 мл воды, 10 мл разведенной хлористоводородной кислоты, 1 г калия бромиды и далее поступают, как указано в статье "Нитритометрия" (ГФ XI, вып. 1, с. 190). В случае применения внутренних индикаторов используют тропеолин 00 в смеси с метиленовым синим. Если в соответствующей частной статье рекомендуется нейтральный красный, то титр раствора натрия нитрита устанавливают с тем же индикатором. Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Титр раствора натрия нитрита (0,1 моль/л) проверяют 1 раз в месяц.

Хранить в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

### **Раствор натрия нитрита (0,05 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,00345 г натрия нитрита.

Приготовление. 3,65 г натрия нитрита растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

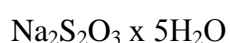
Установка титра. Около 0,15 г (точная навеска) сульфаниловой кислоты, дважды перекристаллизованной из воды и высушенной при температуре 120 град. С до постоянной массы, помещают в толстостенный стакан и далее поступают, как указано при установке титра раствора натрия нитрита (0,1 моль/л). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Титр раствора натрия нитрита проверяют 1 раз в 2 нед.

Хранить в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

Примечание. Титр раствора натрия нитрита можно устанавливать также по стрептоциду, предварительно очищенному перекристаллизацией из горячей воды.

### **Раствор натрия тиосульфата (0,1 моль/л)**



М. м. 248,17

1 мл раствора содержит 0,02482 г натрия тиосульфата.

Приготовление. 26 г натрия тиосульфата и 0,1 г натрия карбоната безводного растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки. Раствор оставляют на 2 сут в защищенном от света месте. При наличии осадка жидкость сливают с осадка.

Установка титра. Около 0,15 г (точная навеска) калия бихромата, перекристаллизованного из горячей воды, мелкорастертого, высушенного при температуре от 130 до 150 град. С до постоянной массы, растворяют в 50 мл воды в колбе с притертой пробкой, прибавляют 2 г калия йодида, 5 мл хлористоводородной кислоты, закрывают пробкой, смоченной раствором калия йодида, и оставляют в защищенном от света месте на 10 мин. Прибавляют 100 мл воды, обмывая пробку водой, и титруют приготовленным раствором натрия тиосульфата до зеленовато - желтого окрашивания. Затем прибавляют 2 мл рас-

твора крахмала и продолжают титровать до перехода синей окраски в светло - зеленую. Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Хранить в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света и углекислоты воздуха месте.

#### **Раствор натрия тиосульфата (0,02 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,004964 г натрия тиосульфата.

Приготовление. 20 мл раствора натрия тиосульфата (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. Около 0,3 г (точная навеска) калия бихромата, перекристаллизованного из горячей воды, мелкорастертого, высушенного при температуре от 130 до 150 град. С до постоянной массы, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 250 мл и доводят объем раствора водой до метки. 25 мл полученного раствора калия бихромата помещают в колбу с притертой пробкой, прибавляют 0,2 г калия йодида, 3 мл хлористоводородной кислоты, закрывают пробкой, смоченной раствором калия йодида, и оставляют на 10 мин в защищенном от света месте. Прибавляют 50 мл воды, обмывая пробку водой, и титруют, как описано при установке титра раствора натрия тиосульфата (0,1 моль/л). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Раствор в запас не готовят.

#### **Раствор натрия тиосульфата (0,01 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,002482 г натрия тиосульфата.

Приготовление. 10 мл раствора натрия тиосульфата (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. Как описано при установке титра раствора натрия тиосульфата (0,02 моль/л).

Раствор в запас не готовят.

#### **Раствор ртути окисной нитрата (0,1 моль/л)**

УЧ  $[1/2 \text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$

$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$

М. м. 324,60

1 мл раствора содержит 0,01623 г ртути окисной нитрата.

Приготовление. 17,2 г ртути окисной нитрата растворяют в 2 мл концентрированной азотной кислоты и 50 мл воды в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. Около 0,15 г (точная навеска) натрия хлорида, дважды перекристаллизованного из воды и слабо прокаленного в тигле при температуре от 250 до 300 град. С, растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором ртути окисной нитрата до перехода розовато - желтой окраски раствора в светло - сиреневую (индикатор - дифенилкарбазон). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

#### **Раствор свинца нитрата (0,05 моль/л)**

$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  М. м. 331,20

1 мл раствора содержит 0,01656 г свинца нитрата.

Приготовление. 17 г свинца нитрата растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. 20 мл приготовленного раствора свинца нитрата помещают в колбу, прибавляют 7 г гексаметиленetetрамина, 5 мл разведенной хлористоводородной кислоты и титруют раствором трилона Б (0,05 моль/л) до перехода красно - фиолетового окрашивания в желтое (индикатор - ксиленоловый оранжевый). Молярность раствора вычисляют по второму способу.

#### **Раствор серебра нитрата (0,1 моль/л)**

$\text{AgNO}_3$  М. м. 169,87

1 мл раствора содержит 0,01699 г серебра нитрата.

Приготовление. 17 г серебра нитрата растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. Около 0,15 г (точная навеска) натрия хлорида, дважды перекристаллизованного из воды и слабо прокаленного в тигле при температуре от 250 до 300 град. С, растворяют в 50 мл воды, и титруют приготовленным раствором серебра нитрата до появления красноватого осадка (индикатор - калия хромат). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Хранить в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

#### **Раствор серебра нитрата (0,05 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,008495 г серебра нитрата.

Приготовление. 100 мл раствора серебра нитрата (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 200 мл и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. Около 0,08 г (точная навеска) натрия хлорида, дважды перекристаллизованного из воды и слабо прокаленного в тигле при температуре от 250 до 300 град. С, растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором серебра нитрата до появления красноватого осадка (индикатор - калия хромат). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

#### **Раствор серной кислоты (1 моль/л)**

УЧ ( $1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$ )

$\text{H}_2\text{SO}_4$  М. м. 98,07

1 мл раствора содержит 0,04904 г серной кислоты.

Приготовление. Медленно и осторожно, при постоянном перемешивании вливают 30 мл концентрированной серной кислоты в 1000 мл воды.

Установка титра. Около 5 г натрия гидрокарбоната прокаливают до постоянной массы при температуре от 280 до 300 град.С на песчаной бане в платиновом тигле, перемешивая время от времени платиновой проволокой.

Около 1 г (точная навеска) натрия карбоната, полученного, как описано выше, растворяют в 100 мл воды и титруют приготовленным раствором серной кислоты до появления розовато - оранжевого окрашивания (индикатор - метиловый оранжевый). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

#### **Раствор серной кислоты (0,1 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,004904 г серной кислоты.

Приготовление. Медленно и осторожно, при постоянном перемешивании вливают 3 мл концентрированной серной кислоты в 1000 мл воды.

Установка титра. Около 0,15 г (точная навеска) натрия карбоната, приготовленного, как указано при установке титра раствора серной кислоты (1 моль/л), растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором серной кислоты до появления розовато - оранжевого окрашивания (индикатор - метиловый ранжевый). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

#### **Раствор серной кислоты (0,05 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,002452 г серной кислоты.

Приготовление. 100 мл раствора серной кислоты (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 200 мл и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. Около 0,1 г (точная навеска) натрия карбоната, приготовленного, как указано при установке титра раствора серной кислоты (1 моль/л), растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором серной кислоты до появления розовато - оранжевого окрашивания (индикатор - метиловый оранжевый). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Раствор в запас не готовят.

#### **Раствор серной кислоты (0,01 моль/л)**

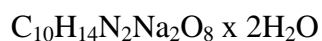
1 мл раствора содержит 0,0004904 г серной кислоты.

Приготовление. 100 мл раствора серной кислоты (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. Около 0,015 г (точная навеска) натрия карбоната, приготовленного, как указано при установке титра раствора серной кислоты (1 моль/л), растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором серной кислоты до появления розовато - оранжевого окрашивания (индикатор - метиловый оранжевый). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Раствор в запас не готовят.

#### **Раствор трилона Б (0,05 моль/л)**



М. м. 372,24

1 мл раствора содержит 0,01861 г динатриевой соли этилендиамина - N, N, N, N - тетрауксусной кислоты дигидрата.

Приготовление. 18,8 г трилона Б растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 л, доводят объем раствора водой до метки и фильтруют.

Установка титра. Около 3,27 г (точная навеска) цинка металлического (ГОСТ 3640-79 "ЦВ" или "ЦО") растворяют в 40 мл разведенной серной кислоты в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

К 25 мл приготовленного раствора цинка прибавляют 5 мл аммиачного буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т, 70 мл воды, перемешивают до растворения индикатора и титруют раствором трилона Б до перехода фиолетовой окраски в ярко-синюю (без фиолетового оттенка). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

### **Раствор хлористоводородной кислоты (1 моль/л)**

HCl

М. м. 36,46

1 мл раствора содержит 0,03646 г хлористого водорода.

Приготовление. 85 мл концентрированной хлористоводородной кислоты (плотность 1,19) помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Установка титра. Около 5 г натрия гидрокарбоната прокаливают до постоянной массы при температуре от 280 до 300 град. С на песчаной бане в платиновом тигле, перемешивая время от времени платиновой проволокой.

Около 1 г (точная навеска) натрия карбоната, полученного, как описано выше, растворяют в 100 мл воды и титруют приготовленным раствором хлористоводородной кислоты до появления розовато-оранжевого окрашивания (индикатор - метиловый оранжевый). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

### **Раствор хлористоводородной кислоты (0,5 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,01823 г хлористого водорода.

Приготовление. 42 мл концентрированной хлористоводородной кислоты (плотность 1,19) помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Установка титра. Около 0,6 г (точная навеска) натрия карбоната, полученного, как описано при установке титра раствора хлористоводородной кислоты (1 моль/л), растворяют в 100 мл воды и титруют приготовленным раствором хлористоводородной кислоты до появления розовато-оранжевого окрашивания (индикатор - метиловый оранжевый). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

### **Раствор хлористоводородной кислоты (0,1 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,003646 г хлористого водорода.

Приготовление. 8,5 мл концентрированной хлористоводородной кислоты (плотность 1,19) помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Установка титра. Около 0,15 г (точная навеска) натрия карбоната, полученного, как описано при установке титра раствора хлористоводородной кислоты (1 моль/л), растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором хлористоводородной кислоты до появления розовато - оранжевого окрашивания (индикатор - метиловый оранжевый). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

#### **Раствор хлористоводородной кислоты (0,05 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,001823 г хлористого водорода.

Приготовление. 100 мл раствора хлористоводородной кислоты (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 200 мл и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. Около 0,1 г (точная навеска) натрия карбоната, полученного, как описано при установке титра раствора хлористоводородной кислоты (1 моль/л), растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором хлористоводородной кислоты до появления розовато - оранжевого окрашивания (индикатор - метиловый оранжевый). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Раствор в запас не готовят.

#### **Раствор хлористоводородной кислоты (0,02 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,0007292 г хлористого водорода.

Приготовление. 100 мл раствора хлористоводородной кислоты (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. Около 0,05 г (точная навеска) натрия карбоната, полученного, как описано при установке титра раствора хлористоводородной кислоты (1 моль/л), растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором хлористоводородной кислоты до появления розовато - оранжевого окрашивания (индикатор - метиловый оранжевый). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Раствор в запас не готовят.

#### **Раствор хлористоводородной кислоты (0,01 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,0003646 г хлористого водорода.

Приготовление. 100 мл раствора хлористоводородной кислоты (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора водой до метки.

Установка титра. Около 0,025 г (точная навеска) натрия карбоната, полученного, как описано при установке титра раствора хлористоводородной кислоты (1 моль/л), растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором хлористоводородной кислоты до появления розовато - оранжевого окрашивания (индикатор - метиловый оранжевый). Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Раствор в запас не готовят.

### **Раствор хлорной кислоты (0,1 моль/л)**

$\text{HClO}_4$  М. м. 100,46

1 мл раствора содержит 0,01005 г хлорной кислоты.

Приготовление. 11 мл 60% или 8,5 мл 70% раствора хлорной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, прибавляют 500 мл ледяной уксусной кислоты.

Колбу помещают в холодную воду и прибавляют постепенно, при помешивании, уксусный ангидрид в количестве 30 мл или 21 мл соответственно. После охлаждения объем раствора доводят ледяной уксусной кислотой до 1 л и оставляют на 24 ч. Содержание воды определяют по методу К. Фишера, если необходимо, прибавляют воду или уксусный ангидрид до содержания воды в количестве от 0,01 до 0,2% и оставляют на 24 ч.

Установка титра. Около 0,15 г (точная навеска) калия гидрофталата, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 град. С в течение 2 ч, растворяют в 20 мл ледяной уксусной кислоты и титруют приготовленным раствором хлорной кислоты в присутствии 2 капель раствора кристаллического фиолетового до перехода фиолетовой окраски в голубовато - зеленую.

Молярность раствора вычисляют по первому способу.

### **Раствор хлорной кислоты (0,05 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,005025 г хлорной кислоты.

Приготовление. 50 мл раствора хлорной кислоты (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора ледяной уксусной кислотой до метки.

Установка титра. Как описано при установке титра раствора хлорной кислоты (0,1 моль/л). Навеску калия гидрофталата берут около 0,08 г (точная навеска).

### **Раствор хлорной кислоты (0,02 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,002010 г хлорной кислоты.

Приготовление. 20 мл раствора хлорной кислоты (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора ледяной уксусной кислотой до метки.

Установка титра. Около 0,15 г (точная навеска) калия гидрофталата, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 град. С в течение 2 ч, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в ледяной уксусной кислоте и доводят объем раствора той же кислотой до метки.

К 10 мл полученного раствора прибавляют 10 мл ледяной уксусной кислоты и титруют, как в случае раствора хлорной кислоты (0,1 моль/л). Молярность раствора с учетом разведения вычисляют по первому способу.

### **Раствор хлорной кислоты (0,01 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,001005 г хлорной кислоты.

Приготовление. 10 мл раствора хлорной кислоты (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора ледяной уксусной кислотой до метки.

Установка титра. Около 0,15 г (точная навеска) калия гидрофталата, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 град. С в течение 2 ч, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в ледяной уксусной кислоте и доводят объем раствора той же кислотой до метки.

К 5 мл полученного раствора прибавляют 10 мл ледяной уксусной кислоты и титруют, как в случае раствора хлорной кислоты (0,1 моль/л). Молярность раствора с учетом разведения вычисляют по первому способу.

Примечание. Если растворы хлорной кислоты с поправочным коэффициентом, установленным при температуре  $t_1$ , применяют при температуре  $t_2$ , то вводят температурную поправку. Для этого измеряемый объем раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование анализируемого раствора, приводят к температуре  $t_1$  путем умножения на  $1 + (\text{ДЕЛЬТА } t \times 0,001)$ , где  $\text{ДЕЛЬТА } t = t_2 - t_1$ .

#### **Раствор хлорной кислоты в метиловом спирте (0,1 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,01005 г хлорной кислоты.

Приготовление. 11 мл 60% или 8,5 мл 70% раствора хлорной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, прибавляют 500 мл метилового спирта и доводят объем раствора метиловым спиртом до метки. При необходимости используют метиловый спирт, очищенный от карбонилсодержащих соединений.

Установка титра. Около 0,1 г натрия салицилата (точная навеска), предварительно дважды перекристаллизованного из 95% спирта и высушенного до постоянной массы, растворяют в 10 мл метилового спирта, прибавляют равный объем ацетона, 2 капли раствора тимолового синего в метиловом спирте и титруют приготовленным раствором хлорной извести до перехода окраски от желтой к розовой. Молярность раствора вычисляют по первому способу.

#### **Раствор хлорной кислоты в нитрометане (0,1 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,01005 г хлорной кислоты.

Приготовление. 11 мл 60% или 8,5 мл 70% раствора хлорной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1 л, прибавляют 500 мл нитрометана и доводят объем раствора нитрометаном до метки.

Установка титра. Как описано при установке титра раствора хлорной кислоты (0,1 моль/л).

#### **Раствор хлорной кислоты**



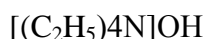
### **в нитрометане (0,05 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,005025 г хлорной кислоты.

Приготовление. 50 мл раствора хлорной кислоты в нитрометане (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем раствора нитрометаном до метки.

Установка титра. Как описано при установке титра раствора хлорной кислоты (0,1 моль/л). Навеску калия гидрофталата берут около 0,08 г (точная навеска).

### **Раствор тетраэтиламмония гидроокиси (0,1 моль/л)**



М. м. 147,26

1 мл раствора содержит 0,01473 г тетраэтиламмония гидроокиси.

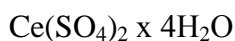
Приготовление. 30 г тетраэтиламмония йодида растворяют в 200 мл метилового спирта и встряхивают в течение 1 ч с 25 г тонко измельченной окиси серебра (ТУ 6-09-697-78) в стеклянном сосуде с притертой пробкой. По окончании встряхивания центрифугируют несколько миллилитров смеси и раствор испытывают на присутствие йодидионов (проба с нитратом серебра в азотнокислой среде). В случае образования осадка йодида серебра к основному раствору прибавляют еще 5 г окиси серебра и снова встряхивают 30 мин. По окончании реакции осадок йодида серебра отфильтровывают через стеклянный фильтр N 4. Реакционную колбу ополаскивают тремя порциями по 50 мл сухого бензола, бензольный раствор фильтруют через тот же фильтр и прибавляют к фильтрату. Затем фильтрат помещают в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят объем раствора бензолом до метки.

Установка титра. Около 0,1 г (точная навеска) бензойной кислоты растворяют в смеси 5 мл метилового спирта и 20 мл ацетона, нейтрализованных непосредственно перед титрованием по тимоловому синему в метиловом спирте, и титруют приготовленным раствором тетраэтиламмония гидроокиси до получения отчетливого синего окрашивания или потенциометрически со стеклянным электродом. Молярность раствора вычисляют по первому способу.

Примечание. Установку титра проводят в тщательно закрытых сосудах для титрования. Титрование лучше проводить в атмосфере инертного газа.

Хранить в стеклянных сосудах снабженных поглотительными трубками, заполненными натронной известью для предохранения раствора от влаги и углекислоты воздуха.

### **Раствор церия сульфата (0,1 моль/л)**



М. м. 404,3

М. м. (безводный) 332,24



М. м. 632,5

М. м. (безводный) 596,5

1 мл раствора содержит 0,03322 г церия сульфата.

Приготовление. 42 г церия сульфата растворяют в 500 мл воды, содержащей 28 мл концентрированной серной кислоты, если необходимо, подогревают. Охлаждают и доводят объем раствора водой до 1 л.

Раствор церия сульфата (0,1 моль/л) готовят также растворением 65 г церия аммония сульфата в растворе серной кислоты (1 моль/л) с последующим доведением объема тем же раствором серной кислоты до 1 л.

Установка титра. К 25 мл приготовленного раствора церия сульфата прибавляют 20 мл разведенной серной кислоты, 20 мл воды и 10 мл раствора калия йодида. Выделившийся йод титруют раствором натрия тиосульфата (0,1 моль/л) (индикатор - крахмал). Молярность раствора вычисляют по второму способу.

#### **Раствор церия сульфата (0,01 моль/л)**

1 мл раствора содержит 0,003322 г церия сульфата.

Приготовление. 50 мл раствора церия сульфата (0,1 моль/л) помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, прибавляют 250 мл раствора серной кислоты (1 моль/л) и доводят объем раствора той же кислотой до метки.

Установка титра. К 25 мл приготовленного раствора церия сульфата прибавляют 2 мл разведенной серной кислоты, 10 мл воды, 2 мл раствора калия йодида. Выделившийся йод титруют раствором натрия тиосульфата (0,01 моль/л) (индикатор - крахмал). Молярность раствора вычисляют по второму способу.

## ПРИЛОЖЕНИЕ №3

### Методики приготовления титрованных растворов (ГФ XII, ОФС 42-0071-07, с.425-443)

#### ТИТРОВАННЫЕ РАСТВОРЫ (ОФС 42-0071-07)

Титрованными растворами называются растворы точно известной концентрации, предназначенные для целей титриметрического анализа.

Концентрация титрованного раствора (титранта) обычно выражается его молярностью, титром или титром по определяемому веществу.

Молярность - это выраженное в молях количество растворенного вещества, содержащееся в одном литре раствора. Молярность вычисляется как отношение количества растворенного вещества к объему раствора. Раствор, содержащий  $x$  молей вещества в одном литре раствора, обозначают  $xM$  раствором.

Титр - это выраженная в миллиграммах масса растворенного вещества, содержащаяся в одном миллилитре раствора. Титр вычисляют как отношение массы растворенного вещества к объему раствора (размерность - мг/мл).

Титр титранта по определяемому веществу - это выраженная в миллиграммах масса определяемого вещества, эквивалентная одному миллилитру данного титранта. Титр по определяемому веществу вычисляют, исходя из молярности или титра титранта с учетом стехиометрических коэффициентов уравнения химической реакции, протекающей при титровании, и молярных масс реагирующих веществ (размерность - мг/мл).

Иногда концентрацию раствора выражают числом грамм-эквивалентов вещества в одном литре раствора. Такие растворы называются нормальными и обозначаются символом «н.». Грамм-эквивалентом называется число граммов вещества, равное его эквиваленту. Эквивалент вещества - это такое количество вещества, которое реагирует с 1 г водорода или вытесняет такое же количество водорода из его соединений. Величина эквивалентной массы определяется исходя из химической формулы вещества и его принадлежности к тому или иному классу химических соединений. Из этого определения следует, что эквивалент данного вещества может изменяться в различных реакциях; величина его зависит от той конкретной реакции, в которой вещество участвует.

Для приготовленных титрованных растворов вычисляют поправочный коэффициент к молярности ( $K$ ), представляющий собой отношение реально полученной концентрации титрованного раствора к теоретически заданной.

Концентрация титрованных растворов не должна отличаться от указанной более чем на 10%. Молярность титрованных растворов определяют с точностью до 0,2 %.

Титрованные растворы стандартизуют описанными ниже методами. Если титрованный раствор используют в количественном анализе, в котором конечную точку титрования определяют электрометрическим методом (например, методом амперометрии или потенциометрии), раствор стандартизуют тем же методом. Состав среды, в которой стандартизуют титрованный раствор, должен быть таким же, как и тот, в котором он будет использован.

Растворы более разведенные, чем описанные ниже, получают разведением последних *водой, свободной от углерода диоксида*. Поправочные коэффициенты полученных растворов такие же, как у исходных растворов. Исключение составляют титрованные растворы для

окислительно-восстановительного титрования, которые после разбавления нуждаются в повторной установке титра. Растворы с молярностью ниже 0,1 М готовят непосредственно перед использованием.

В описании каждого титрованного раствора указывается теоретическое содержание химически чистого вещества в миллиграммах в 1 мл раствора.

Титрованные растворы хранят при комнатной температуре, защищая их, при необходимости, от воздействия углерода диоксида и влаги воздуха и от прямых солнечных лучей.

#### ***Исходные стандартные вещества для титрованных растворов***

Исходные стандартные вещества для установки концентрации титрованных растворов обозначают буквами РО (реактив основной) и готовят следующим образом.

**Калия бромат РО.**  $\text{KBrO}_3$ . (М.м. 167,00).

Калия бромат перекристаллизовывают из кипящей воды. Кристаллы собирают и сушат до постоянной массы при температуре 180 °С.

**Калия гидрофталат РО.**  $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$ . (М.м. 204,22).

Калия гидрофталат перекристаллизовывают из кипящей воды. Кристаллы собирают при температуре выше 35 °С и сушат до постоянной массы при температуре 110°С.

**Кислота бензойная РО.**  $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$ . (М.м. 122,12).

Кислоту бензойную сублимируют.

**Мышьяка оксид РО.**  $\text{As}_2\text{O}_3$ . (М.м. 197,84).

Мышьяка оксид сублимируют. Хранят над силикагелем безводным.

**Натрия карбонат безводный РО.**  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . (М.м. 106,01). Насыщенный раствор натрия карбоната фильтруют при комнатной температуре. Через фильтрат медленно пропускают поток углерода диоксида при постоянном охлаждении и перемешивании. Через 2 ч осадок собирают на стеклянном фильтре, промывают фильтр ледяной водой, насыщенной углерода диоксидом. Сушат при температуре от 100 до 105 °С и прокаливают до постоянной массы при температуре от 270 до 300 °С, периодически перемешивая.

**Натрия хлорид РО.**  $\text{NaCl}$ . (М.м. 58,44).

К 1 объему насыщенного раствора натрия хлорида прибавляют 2 объема хлористоводородной кислоты концентрированной. Полученные кристаллы собирают и промывают хлористоводородной кислотой 25 %, которую удаляют нагреванием на кипящей водяной бане. Прокаливают до постоянной массы при температуре 300 °С.

**Сульфаниловая кислота РО.**  $\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}_3\text{S}$ . (М.м. 173,19).

Сульфаниловую кислоту перекристаллизовывают из кипящей воды, фильтруют и сушат до постоянной массы при температуре от 100 до 105 °С.

**Цинк РО.**  $\text{Zn}$ . (А.м. 65,37).

Используют цинк с содержанием не менее 99,9 %  $\text{Zn}$ .

#### ***Титрованные растворы***

##### **1 М раствор азотной кислоты**

96,9 мл азотной кислоты концентрированной доводят водой до объема 1000,0 мл.

*Установка титра.* 2,000 г натрия карбоната безводного РО растворяют в 50 мл воды, прибавляют 0,1 мл 0,1 % раствора метилового оранжевого и титруют приготовленным раствором азотной кислоты до красновато-желтого окрашивания; кипятят в течение 2 мин, рас-

твор снова приобретает желтую окраску, охлаждают и продолжают титрование до красновато-желтого окрашивания.

1 мл 1 М раствора азотной кислоты соответствует 53,00 мг  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

**0,1 М раствор аммония тиоцианата.** 0,1 М раствор аммония роданида.

7,612 г аммония тиоцианата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 20,0 мл 0,1 М раствора серебра нитрата прибавляют 25 мл воды, 2 мл 2 М раствора азотной кислоты, 2 мл 10 % раствора железа аммония сульфата и титруют приготовленным раствором аммония тиоцианата до появления красновато-желтого окрашивания.

1 мл 0,1 М раствора серебра нитрата соответствует 7,612 мг  $\text{NH}_4\text{SCN}$ .

**0,01 М раствор аммония тиоцианата.** 0,01 М раствор аммония роданида

100,0 мл 0,1 М раствора аммония тиоцианата разбавляют водой до объема 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 20,0 мл 0,01 М раствора серебра нитрата прибавляют 25 мл воды, 2 мл 2 М раствора азотной кислоты, 2 мл 10 % раствора железа аммония сульфата и далее поступают, как указано при установке титра 0,1 М раствора аммония тиоцианата.

1 мл 0,01 М раствора серебра нитрата соответствует 0,7612 мг  $\text{NH}_4\text{SCN}$ .

**0,1 М раствор аммония церия нитрата**

Раствор, содержащий 56 мл серной кислоты концентрированной и 54,82 г аммония церия нитрата, взбалтывают в течение 2 мин, прибавляют последовательно пять порций, по 100 мл каждая, воды, перемешивая после каждого прибавления. Доводят объем раствора водой до 1000,0 мл. Титр полученного раствора устанавливают через 10 сут.

*Установка титра.* К 25,0 мл полученного раствора прибавляют 2 г калия йодида и 150 мл воды. Немедленно титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1 % раствора крахмала. 1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 54,82 мг  $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ . Хранят в защищенном от света месте.

**0,01 М раствор аммония церия нитрата**

К 100,0 мл 0,1 М раствора аммония церия нитрата прибавляют при охлаждении 30 мл серной кислоты концентрированной и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

**0,1 М раствор аммония церия сульфата**

65,0 г аммония церия сульфата растворяют в смеси 500 мл воды и 30 мл серной кислоты концентрированной, охлаждают и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 25 мл полученного раствора прибавляют 2 г калия йодида и 150 мл воды. Немедленно титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1 % раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 63,26 мг  $2(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

**0,01 М раствор аммония церия сульфата**

К 100,0 мл 0,1 М раствора аммония церия сульфата прибавляют при охлаждении 30 мл серной кислоты концентрированной и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

**0,05 М раствор бария перхлората**

15,8 г бария гидроксида растворяют в смеси 75 мл воды и 7,5 мл 70 % раствора хлорной кислоты, доводят pH раствора до 3,0 70 % раствором хлорной кислоты и фильтруют, ес-

ли необходимо. Прибавляют 150 мл спирта 96 %, доводят объем раствора водой до 250 мл, затем доводят объем раствора ацетатным буферным раствором pH 3,7 до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 5,0 мл 0,05 М раствора серной кислоты прибавляют 5 мл воды, 50 мл ацетатного буферного раствора pH 3,7 и 0,5 мл 0,1 % раствора ализарина S; титруют приготовленным раствором бария перхлората до появления оранжево-красного окрашивания.

1 мл 0,05 М раствора серной кислоты соответствует 16,81 мг  $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ .

#### **0,025 М раствор бария перхлората**

500,0 мл 0,05 М раствора бария перхлората доводят ацетатным буферным раствором pH 3,7 до объема 1000,0 мл.

#### **0,1 М раствор бария хлорида**

24,4 г бария хлорида растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 10,0 мл приготовленного раствора бария хлорида прибавляют 60 мл воды, 3 мл раствора аммиака концентрированного, от 0,5 до 1 мг фталеинового пурпурного и титруют 0,1 М раствором натрия эдетата. Когда окраска раствора начнет ослабевать, прибавляют 50 мл спирта 96 % и продолжают титрование до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 24,43 мг  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

#### **0,004 М раствор бензэтония хлорида**

1,792 г бензэтония хлорида, предварительно высушенного до постоянной массы при температуре от 100 до 105 °С, растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* Вычисляют молярность раствора исходя из содержания  $\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2$  в высушенном бензэтонии хлориде, определенного следующим образом. 0,350 г высушенного вещества растворяют в 30 мл уксусной кислоты безводной, прибавляют 6 мл 3,19 % раствора ртути (II) ацетата и титруют 0,1 М раствором хлорной кислоты, используя в качестве индикатора 0,05 мл 0,5 % раствора кристаллического фиолетового. Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 44,81 мг  $\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2$ .

#### **0,0167 М раствор бромид-бромата. 0,05 М раствор брома.**

2,7835 г калия бромата PO и 13 г калия бромида растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

#### **0,1 М раствор железа (III) аммония сульфата**

50,0 г железа (III) аммония сульфата растворяют в смеси 300 мл воды и 6 мл серной кислоты концентрированной и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 25,0 мл приготовленного раствора железа (III) аммония сульфата прибавляют 3 мл хлористоводородной кислоты концентрированной,

2 г калия йодида и через 10 мин титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1 % раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 48,22 мг  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ .

#### **0,1 М раствор железа (II) сульфата**

27,80 г железа (II) сульфата растворяют в 500 мл серной кислоты разведенной 9,8 % и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 25,0 мл приготовленного раствора железа (II) сульфата прибавляют 3 мл фосфорной кислоты концентрированной и тотчас титруют 0,02 М раствором калия перманганата.

1 мл 0,02 М раствора калия перманганата соответствует 27,80 мг  $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ .

#### **0,5 М раствор йода ( $\text{I}_2$ )**

127 г йода и 200 г калия йодида растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 2,0 мл полученного раствора прибавляют 1 мл 2 М раствора уксусной кислоты и 50 мл воды. Титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала. 1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 12,69 мг I.

Хранят в защищенном от света месте.

#### **0,1 М раствор йода**

Около 25,5 г йода и 40 г калия йодида растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 10,0 мл полученного раствора прибавляют 1 мл 2 М раствора уксусной кислоты и 40 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,5 М раствора йода.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 12,69 мг I.

Хранят в защищенном от света месте.

#### **0,05 М раствор йода**

20 г калия йодида растворяют в минимальном количестве воды, прибавляют 12,7 г йода, растворяют при перемешивании и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 20,0 мл полученного раствора прибавляют 1 мл 2 М раствора уксусной кислоты и 30 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,5 М раствора йода.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 12,69 мг I.

Хранят в защищенном от света месте.

#### **0,01 М раствор йода**

0,3 г калия йодида растворяют в 20,0 мл 0,05 М раствора йода и доводят объем раствора водой до 100,0 мл.

*Установка титра.* К 25,0 мл полученного раствора прибавляют 1 мл 2 М раствора уксусной кислоты и 25 мл воды и титруют 0,01 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1 % раствора крахмала. 1 мл 0,01 М раствора натрия тиосульфата соответствует 1,269 мг I. 0,1 М раствор йода монохлорида (для определения йодного числа) 11,06 г калия йодида и 7,10 г калия йодата помещают в склянку с притертой пробкой, прибавляют 50 мл воды и 50 мл концентрированной хлористоводородной кислоты, закрывают пробкой и встряхивают до полного растворения образующегося при реакции йода. Раствор переносят в делительную воронку и взбалтывают с 10 мл хлороформа. Если хлороформный слой окрашивается в фиолетовый цвет, то прибавляют при сильном взбалтывании по каплям 1 % раствор калия йодата до обесцвечивания хлороформного слоя. Если же хлороформный слой остается бесцветным, то прибавляют по каплям 1 % раствор калия йодида до появления бледно-розовой окраски. После отстаивания водный слой сливают в мерную колбу и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл. Приготовленный раствор должен иметь ли-

монно-желтый цвет. Установка титра. 25,0 мл приготовленного раствора йодмоноклорида помещают в колбу с притертой пробкой, прибавляют 1 г калия йодида и оставляют в защищенном от света месте на 15 мин. Выделившийся йод титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 0,5-1 мл 1 % раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 12,69 мг I.

Титр раствора устанавливают каждый раз перед применением.

Хранят в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

#### **0,033 М раствор калия бромата**

5,5110 г калия бромата РО растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 10,0 мл полученного раствора прибавляют 50 мл воды, 10 мл 16,6 % раствора калия йодида и 5 мл 7 М раствора хлористоводородной кислоты. Титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя 1 мл 0,1 % раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 2,783 мг  $\text{KBrO}_3$ .

#### **0,02 М раствор калия бромата**

3,340 г калия бромата РО растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 15,0 мл полученного раствора прибавляют 45 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,033 М раствора калия бромата.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 2,783 мг  $\text{KBrO}_3$ .

#### **0,0167 М раствор калия бромата. 0,1 н. раствор калия бромата.**

2,7889 г калия бромата РО растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 20,0 мл полученного раствора прибавляют 40 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,033 М раствора калия бромата.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 2,783 мг  $\text{KBrO}_3$ .

#### **0,0083 М раствор калия бромата**

250,0 мл 0,033 М раствора калия бромата доводят водой до объема 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 40,0 мл полученного раствора добавляют 20 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,033 М раствора калия бромата.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 2,783 мг  $\text{KBrO}_3$ .

#### **1 М раствор калия гидроксида**

60 г калия гидроксида растворяют в воде, свободной от углерода диоксида, и доводят объем раствора водой, свободной от углерода диоксида, до 1000,0 мл. Установка титра. 20,0 мл приготовленного раствора калия гидроксида титруют 1 М раствором хлористоводородной кислоты, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,1 % раствора фенолфталеина.

1 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 56,11 мг КОН.

#### **0,1 М раствор калия гидроксида**

6 г калия гидроксида растворяют в воде, свободной от углерода диоксида, и доводят объем раствора тем же растворителем до 1000,0 мл.



*Установка титра.* 20,0 мл приготовленного раствора калия гидроксида титруют 0,1 М раствором хлористоводородной кислоты, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,1 % раствора фенолфталеина.

1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 5,611 мг КОН.

**0,5 М раствор калия гидроксида в спирте 60 % (об/об)**

3 г калия гидроксида растворяют в спирте 60 % (об/об), свободном от альдегидов, и доводят объем раствора тем же растворителем до 100,0 мл.

*Установка титра.* 20,0 мл приготовленного раствора калия гидроксида в спирте 60 % (об/об) титруют 0,5 М раствором хлористоводородной кислоты, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,1 % раствора фенолфталеина.

1 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 28,06 мг КОН.

**0,5 М раствор калия гидроксида спиртовый. 0,5 М раствор калия едкого спиртовый.**

3 г калия гидроксида растворяют в 5 мл воды и доводят объем раствора спиртом 96 %, свободным от альдегидов, до 100,0 мл.

*Установка титра.* 20,0 мл приготовленного раствора калия гидроксида спиртового титруют 0,5 М раствором хлористоводородной кислоты, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,1 % раствора фенолфталеина.

1 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 28,06 мг КОН.

**0,1 М раствор калия гидроксида спиртовый. 0,1 М раствор калия едкого спиртовый.**

20,0 мл 0,5 М раствора калия гидроксида спиртового доводят спиртом 96 %, свободным от альдегидов, до объема 100,0 мл.

*Установка титра.* 20,0 мл полученного раствора титруют 0,1 М раствором хлористоводородной кислоты, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,1 % раствора фенолфталеина.

1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 5,611 мг КОН.

**0,01 М раствор калия гидроксида спиртовый**

2,0 мл 0,5 М раствора калия гидроксида спиртового доводят спиртом 96 %, свободным от альдегидов, до объема 100,0 мл.

**0,1 М раствор калия гидрофталата**

20,42 г калия гидрофталата  $\text{K}_2\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_6$  растворяют в 800 мл уксусной кислоты безводной, полученный раствор нагревают на водяной бане до растворения, защищая от действия влаги. Охлаждают до температуры 20 °С и доводят объем раствора уксусной кислотой безводной до 1000,0 мл.

**0,0167 М раствор калия дихромата. 0,1 н. раствор калия бихромата.**

4,90 г калия дихромата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 20,0 мл приготовленного раствора калия дихромата прибавляют 1 г калия йодида, 7 мл хлористоводородной кислоты разведенной 7,3 %, 250 мл воды и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата до перехода окраски от синей к светло-зеленой, используя в качестве индикатора 3 мл 0,1 % раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 4,903 мг  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ .

**0,05 М раствор калия йодата**

10,7 г калия йодата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* 25,0 мл приготовленного раствора калия йодата доводят водой до объема 100,0 мл. К 20,0 мл полученного раствора прибавляют 2 г калия йодида, 10 мл серной кислоты разведенной 9,8 %, и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1 % раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 3,567 мг  $\text{KIO}_3$ .

**0,0167 М раствор калия йодата.** 0,1 н. раствор калия йодата.

3,567 г калия йодата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* 20,0 мл приготовленного раствора калия йодата помещают в колбу с притертой пробкой, прибавляют 100 мл воды, 25 мл серной кислоты разведенной 9,8 %, 2 г калия йодида и оставляют на 10 мин в защищенном от света месте. Выделившийся йод титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1 % раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 3,567 мг  $\text{KIO}_3$ .

Хранят в сосудах темного стекла с притертыми пробками в защищенном от света месте.

**0,001 М раствор калия йодида**

10,0 мл раствора калия йодида 166 г/л доводят водой до объема 100,0 мл. 5,0 мл полученного раствора доводят водой до объема 500,0 мл.

**0,02 М раствор калия перманганата.** 0,1 н. раствор калия перманганата.

3,2 г калия перманганата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл; полученный раствор нагревают на водяной бане в течение 1 ч, охлаждают и фильтруют через стеклянный фильтр.

*Установка титра.* К 20,0 мл приготовленного раствора калия перманганата прибавляют 2 г калия йодида, 10 мл серной кислоты разведенной 9,8 % и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1 % раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,1 М раствора тиосульфата натрия соответствует 3,161 мг  $\text{KMnO}_4$ . Титр устанавливают непосредственно перед использованием. Хранят в защищенном от света месте.

**0,1 М раствор лития метилата.** 0,1 М раствор лития метоксида.

0,694 г лития небольшими порциями растворяют в 150 мл метанола безводного и доводят объем раствора толуолом до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 10,0 мл диметилформамида прибавляют 0,05 мл 0,3 % раствора тимолового синего в метаноле и титруют приготовленным раствором лития метилата до получения синего окрашивания раствора. Немедленно прибавляют 0,200 г бензойной кислоты РО, перемешивают до растворения и титруют приготовленным раствором лития метилата до повторного получения синего окрашивания раствора. Во время титрования раствор защищают от атмосферного углерода диоксида. Титр раствора лития метилата устанавливают по объему титранта, израсходованного в повторном титровании.

1 мл 0,1 М раствора лития метилата соответствует 12,21 мг  $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$ . Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

**0,05 М раствор магния сульфата**

12,5 г магния сульфата растворяют в достаточном количестве воды и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* 40,0 мл полученного раствора доводят водой до объема 300 мл. Прибавляют 10 мл аммонийного буфера pH 10,0 и 50 мг тритурации эриохрома черного. Нагревают до 40 °С и титруют при этой температуре 0,1 М раствором натрия эдетата до перехода окраски от фиолетовой к синей.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 24,65 мг  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ .

#### **0,1 М раствор магния хлорида**

20,33 г магния хлорида растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* 25,0 мл полученного раствора доводят водой до 300 мл. Прибавляют 10 мл аммонийного буфера pH 10,0 и 50 мг тритурации эриохрома черного. Нагревают до 40 °С и титруют при этой температуре 0,1 М раствором натрия эдетата до перехода окраски от фиолетовой к синей.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 20,33 мг  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

#### **0,02 М раствор меди сульфата**

5,0 г меди сульфата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 20,0 мл полученного раствора меди сульфата прибавляют 2 г натрия ацетата, 0,1 мл 0,1 % раствора пиридилазонафтола и титруют 0,02 М раствором натрия эдетата до перехода окраски от фиолетово-синей до ярко-зеленой; вблизи точки эквивалентности титруют медленно.

1 мл 0,02 М раствора натрия эдетата соответствует 4,994 мг  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

#### **0,1 М раствор натрия арсенита**

4,946 г мышьяка оксида  $\text{PO}$  растворяют в смеси 20 мл 10 М раствора натрия гидроксида и 20 мл воды, доводят объем раствора водой до 400,0 мл и нейтрализуют хлористоводородной кислотой разведенной 7,3 % по лакмусовой бумаге. Растворяют в полученном растворе 2 г натрия гидрокарбоната и доводят объем раствора водой до 500,0 мл.

#### **0,001 М раствор натрия додецилсульфата**

0,2884 г натрия додецилсульфата, в пересчете на высушенное вещество (105 °С в течение 2 ч), растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 50 мл полученного раствора прибавляют 15 мл хлороформа, 10 мл 1 М раствора серной кислоты и 1 мл раствора, содержащего по 0,003 % диметилового желтого и орацетового синего в хлороформе. Титруют 0,004 М раствором бензэтония хлорида при энергичном встряхивании и разделении слоев после каждого добавления титранта до тех пор, пока хлороформный слой не приобретет постоянный (неисчезающий) зеленый цвет.

1 мл 0,004 М раствора бензэтония хлорида соответствует 1,154 мг  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ .

#### **1 М раствор натрия гидроксида.** 1 М раствор натра едкого.

42 г натрия гидроксида растворяют в воде, свободной от углерода диоксида, и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Проверка на содержание карбонатов.* 45,0 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты титруют приготовленным раствором натрия гидроксида (индикатор - фенолфталеин). К оттитрованному раствору прибавляют по каплям 1 М раствор хлористоводородной кислоты до исчезновения розового окрашивания и кипятят до объема ~ 20 мл. В процессе кипячения при возникновении розового окрашивания прибавляют 1 М раствор хлористоводородной кислоты до обесцвечивания. Раствор охлаждают и, при наличии розовой окраски, прибавля-

ют 1 М раствор хлористоводородной кислоты до обесцвечивания. Суммарное количество прибавленного 1 М раствора хлористоводородной кислоты не должно превышать 0,1 мл.

*Установка титра (1).* 20,0 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты титруют полученным раствором натрия гидроксида, используя в качестве индикатора 0,5-1 мл 0,1 % раствора фенолфталеина.

1 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 40,00 мг NaOH.

*Установка титра (2).* Около 5 г (точная навеска) калия гидрофталата PO, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 °С в течение 2 ч, растворяют в 75 мл воды и титруют приготовленным раствором натра едкого (индикатор - фенолфталеин).

1 мл 1 М раствора натрия гидроксида соответствует 204,22 мг  $C_8H_5KO_4$ .

Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

**0,5 М раствор натрия гидроксида.** 0,5 М раствор натра едкого.

21 г натрия гидроксида растворяют в воде, свободной от углерода диоксида, и доводят объем раствора той же водой до 1000,0 мл.

*Проверка на содержание карбонатов.* Проводят, как описано при приготовлении 1 М раствора натрия гидроксида. Для определения берут 45,0 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты.

*Установка титра (1).* 10,0 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты титруют, как указано при определении титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 20,00 мг NaOH.

*Установка титра (2).* Около 2,5 г (точная навеска) калия гидрофталата PO, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 °С в течение 2 ч, растворяют в 50 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,5 М раствора натрия гидроксида соответствует 102,11 мг  $C_8H_5KO_4$ .

**0,1 М раствор натрия гидроксида.** 0,1 М раствор натра едкого.

100,0 мл 1 М раствора натрия гидроксида доводят водой, свободной от углерода диоксида, до объема 1000,0 мл.

*Проверка на содержание карбонатов.* Проводят, как описано при приготовлении 1 М раствора натрия гидроксида. Для определения берут 45 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты.

*Установка титра (1).* 10,0 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты титруют, как указано при определении титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 4,00 мг NaOH.

*Установка титра (2).* Около 0,5 г (точная навеска) калия гидрофталата PO, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 °С в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида соответствует 20,42 мг  $C_8H_5KO_4$ .

**0,05 М раствор натрия гидроксида.** 0,05 М раствор натра едкого.

50,0 мл 1 М раствора натрия гидроксида доводят водой, свободной от углерода диоксида, до объема 1000,0 мл.

*Проверка на содержание карбонатов.* Проводят, как описано при приготовлении 1 М раствора натрия гидроксида. Для определения берут 45 мл 0,05 М раствора хлористоводородной кислоты.

*Установка титра (1).* 10,0 мл 0,05 М раствора хлористоводородной кислоты титруют, как указано при определении титра 1 М раствора натрия гидроксида.

*Установка титра (2).* Около 0,25 г (точная навеска) калия гидрофталата РО, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 °С в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,05 М раствора натрия гидроксида соответствует 10,21 мг  $C_8H_5KO_4$ .

**0,02 М раствор натрия гидроксида.** 0,02 М раствор натра едкого.

20,0 мл 1 М раствора натрия гидроксида доводят водой, свободной от углерода диоксида, до объема 1000,0 мл.

*Проверка на содержание карбонатов.* Проводят, как описано при приготовлении 1 М раствора натрия гидроксида. Для определения берут 45 мл 0,02 М раствора хлористоводородной кислоты.

*Установка титра.* Около 0,1 г (точная навеска) калия гидрофталата РО, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 °С в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,02 М раствора натрия гидроксида соответствует 4,084 мг  $C_8H_5KO_4$ .

**0,01 М раствор натрия гидроксида.** 0,01 М раствор натра едкого.

10,0 мл 1 М раствора натрия гидроксида доводят водой, свободной от углерода диоксида, до объема 1000,0 мл.

*Проверка на содержание карбонатов.* Проводят, как описано при приготовлении 1 М раствора натрия гидроксида. Для определения берут 45 мл 0,01 М раствора хлористоводородной кислоты.

*Установка титра.* Около 0,05 г (точная навеска) калия гидрофталата РО, предварительно тонко измельченного и высушенного при температуре 120 °С в течение 2 ч, растворяют в 30 мл воды. Далее поступают, как указано при установке титра 1 М раствора натрия гидроксида.

1 мл 0,01 М раствора натрия гидроксида соответствует 2,042 мг  $C_6H_5KO_4$ .

**0,1 М раствор натрия гидроксида этанольный**

К 250 мл этанола безводного (спирт абсолютированный) прибавляют 3,3 г 10 М раствора натрия гидроксида.

*Установка титра.* 0,200 г бензойной кислоты РО растворяют в 2 мл воды и 10 мл спирта 96 % и титруют приготовленным раствором натрия гидроксида этанольным, используя в качестве индикатора 0,2 мл 0,1 % раствора тимолфталеина.

1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида этанольного соответствует 12,21 мг  $C_7H_6O_2$ .

Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

**0,1 М раствор натрия гидроксида в смеси метанола и бензола**

4,2 г натрия гидроксида растворяют в 100 мл метанола в мерной колбе вместимостью 1000,0 мл. Объем раствора доводят бензолом и метанолом до метки, прибавляя их попере-

менно при помешивании. Соотношение метанола и бензола при приготовлении раствора должно быть примерно 1:4.

**Примечание.** В случае получения непрозрачного раствора его оставляют на 12 ч, после чего прозрачную жидкость быстро сливают с осадка. *Установка титра.* Около 0,1 г (точная навеска) бензойной кислоты РО растворяют в 20 мл диметилформамида, нейтрализованного непосредственно перед титрованием по 1 % раствору тимолового синего в диметилформамиде, и титруют приготовленным раствором натрия гидроксида в присутствии того же индикатора до перехода окраски от желтой к синей. 1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида соответствует 12,21 мг  $C_7H_6O_2$ . Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

**Примечание.** Установку титра следует проводить в тщательно закрытых сосудах. Титрование рекомендуется проводить в атмосфере инертного газа.

**0,1 М раствор натрия метилата.** 0,1 М раствор натрия метоксида.

175 мл метанола безводного охлаждают в ледяной воде и прибавляют небольшими порциями около 2,5 г свеженарезанного натрия; когда металл растворится, доводят объем раствора толуолом до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 10 мл диметилформамида прибавляют 0,05 мл 0,3 % раствора тимолового синего в метаноле и титруют приготовленным раствором натрия метилата до синего окрашивания. Тотчас прибавляют 0,200 г бензойной кислоты РО, перемешивают до растворения и титруют приготовленным раствором натрия метилата до повторного получения синего окрашивания. Во время титрования раствор защищают от атмосферного углерода диоксида. Титр раствора натрия метилата устанавливают по объему титранта, израсходованного в повторном титровании.

1 мл 0,1 М раствора натрия метилата соответствует 12,21 мг  $C_7H_6O_2$ .

Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

**0,1 М раствор натрия нитрита**

7,5 г натрия нитрита растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* 0,300 г сульфаниловой кислоты РО растворяют в 50 мл 2 М раствора хлористоводородной кислоты, прибавляют 3 г калия бромиды и охлаждают в бане со льдом. Полученный раствор титруют приготовленным раствором натрия нитрита, устанавливая конечную точку титрования электрометрически, используя в качестве индикаторного платиновый электрод, а в качестве электрода сравнения - хлорсеребряный или насыщенный каломельный.

1 мл 0,1 М раствора натрия нитрита соответствует 17,32 мг  $C_6H_7NO_3S$ .

**0,1 М раствор натрия периодата**

21,4 г натрия периодата растворяют в 500 мл воды и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 20,0 мл приготовленного раствора прибавляют 5 мл хлорной кислоты, закрывают колбу пробкой и перемешивают. Доводят pH раствора до 6,4 насыщенным раствором натрия гидрокарбоната. Прибавляют 10 мл 16,6 % раствора калия йодида, закрывают пробкой, перемешивают, выдерживают 2 мин и титруют 0,025 М раствором натрия арсенита до слабо-желтого окрашивания, затем прибавляют 2 мл раствора крахмала и титруют до обесцвечивания раствора.

1 мл 0,025 М раствора натрия арсенита соответствует 5,348 мг  $NaIO_4$ .

**0,1 М раствор натрия тиосульфата**

25 г натрия тиосульфата и 0,2 г натрия карбоната растворяют в воде, свободной от углерода диоксида, и доводят объем раствора той же водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 20,0 мл 0,0167 М раствора калия бромата прибавляют 40 мл воды, 10 мл 16,6 % раствора калия йодида, 5 мл 7 М раствора хлористоводородной кислоты и титруют приготовленным раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1 % раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 2,784 мг  $\text{KBrO}_3$ .

**0,005 М раствор натрия тиосульфата**

25,0 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата доводят водой, свободной от углерода диоксида, до объема 500,0 мл. Используют свежеприготовленный раствор.

*Установка титра.* К 5,0 мл 0,0083 М раствора калия бромата прибавляют 35 мл воды, 10 мл 16,6 % раствора калия йодида, 5 мл 7 М раствора хлористоводородной кислоты и титруют приготовленным раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1 % раствора крахмала. Индикатор прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,005 М раствора натрия тиосульфата соответствует 0,139 мг  $\text{KBrO}_3$ .

**0,1 М раствор натрия эдетата. 0,1 М раствор трилона Б.**

37,5 г натрия эдетата растворяют в 500 мл воды, прибавляют 100 мл 1 М раствора натрия гидроксида и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* 0,120 г цинка РО растворяют в 4 мл 7 М раствора хлористоводородной кислоты и прибавляют 0,1 мл бромной воды; избыток брома удаляют кипячением, прибавляют 2 М раствор натрия гидроксида до слабокислой или нейтральной реакции, разбавляют водой до 200 мл, прибавляют 50 мг индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и достаточное количество гексаметилентетрамина до фиолетово-розового окрашивания, прибавляют еще 2 г гексаметилентетрамина и титруют приготовленным раствором натрия эдетата до изменения окраски от фиолетово-розовой к желтой.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 6,54 мг  $\text{Zn}$ .

**0,05 М раствор натрия эдетата. 0,05 М раствор трилона Б.**

18,6 г натрия эдетата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* 0,100 г цинка РО растворяют в 4 мл 7 М раствора хлористоводородной кислоты и добавляют 0,1 мл бромной воды. Далее поступают, как указано при установке титра 0,1 М раствора натрия эдетата.

1 мл 0,05 М раствора натрия эдетата соответствует 3,269 мг  $\text{Zn}$ .

**0,02 М раствор натрия эдетата**

7,444 г натрия эдетата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* Проводят, как указано при установке титра 0,05 М раствора натрия эдетата.

1 мл 0,02 М раствора натрия эдетата соответствует 1,308 мг  $\text{Zn}$ .

**0,05 М раствор ртути (II) нитрата. 0,1 н. раствор ртути окисной нитрата.**

17,2 г ртути (II) нитрата растворяют в 50 мл 1 М раствора азотной кислоты и разбавляют водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* 0,15 г натрия хлорида PO, растворяют в 50 мл воды и титруют приготовленным раствором ртути (II) нитрата, используя в качестве индикатора 0,5 мл 1 % спиртового раствора дифенилкарбазона.

**0,01 М раствор серебра нитрата**

50,0 мл 0,1 М раствора серебра нитрата разбавляют водой до объема 500,0 мл.

**0,001 М раствор серебра нитрата**

5,0 мл 0,1 М раствора серебра нитрата доводят водой до объема 500,0 мл.

**0,5 М раствор серной кислоты.** 1 н. раствор серной кислоты.

30 мл серной кислоты концентрированной осторожно вливают в воду и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* 1,000 г натрия карбоната безводного PO растворяют в 50 мл воды, прибавляют 0,1 мл 0,1 % раствора метилового оранжевого (раствор окрашивается в желтый цвет). Титруют приготовленным раствором серной кислоты до красновато-желтого окрашивания. Кипятят около 2 мин (раствор снова приобретает желтое окрашивание), охлаждают и титруют вновь до повторного появления красновато-желтого окрашивания.

1 мл 0,5 М раствора серной кислоты соответствует 53,00 мг  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

**0,05 М раствор серной кислоты.** 0,1 н. раствор серной кислоты.

100,0 мл 0,5 М раствора серной кислоты доводят водой до объема 1000,0 мл.

**0,1 М раствор свинца нитрата**

33 г свинца (II) нитрата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 20,0 мл приготовленного раствора свинца нитрата прибавляют 300 мл воды, 50 мг тритурации ксиленолового оранжевого и достаточное количество гексаметилентетрамина до появления фиолетово-розового окрашивания. Титруют 0,1 М раствором натрия эдетата до появления желтого окрашивания.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 33,12 мг  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ .

**0,05 М раствор свинца нитрата**

16,5 г свинца (II) нитрата растворяют в достаточном количестве воды и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 50,0 мл приготовленного раствора добавляют 300 мл воды. Далее, как указано в установке титра 0,1 М раствора свинца нитрата.

**0,1 М раствор тетрабутиламмония гидроксида**

40 г тетрабутиламмония йодида растворяют в 90 мл метанола безводного, прибавляют 20 г тонко измельченного серебра оксида и энергично встряхивают в течение 1 ч. Центрифугируют несколько миллилитров смеси и проводят испытание жидкости над осадком на йодиды. При получении положительной реакции дополнительно прибавляют 2 г серебра оксида и встряхивают в течение последующих 30 мин; эту процедуру повторяют до тех пор, пока жидкость не будет свободна от йодидов. Смесь фильтруют через стеклянный фильтр и промывают реакционный сосуд и фильтр тремя порциями, по 50 мл каждая, толуола. К полученному фильтрату прибавляют промывной толуол и доводят толуолом до объема 1000,0 мл. Через раствор пропускают сухой азот, свободный от углерода диоксида, в течение 5 мин.

*Установка титра.* К 10 мл диметилформамида прибавляют 0,05 мл 0,3 % раствора тимолового синего в метаноле и титруют приготовленным раствором тетрабутиламмония гидроксида до чистого синего окрашивания. Тотчас прибавляют 0,200 г бензойной кислоты



РО, перемешивают до растворения и продолжают титрование до синего окрашивания. Титр раствора тетрабутиламмония гидроксида устанавливают по объему титранта, израсходованного в повторном титровании.

1 мл 0,1 М раствора тетрабутиламмония гидроксида соответствует 12,21 мг  $C_7H_6O_2$ .

Титр устанавливают непосредственно перед использованием.

#### **0,1 М раствор тетрабутиламмония гидроксида в 2-пропанол**

Раствор готовят, как указано для 0,1 М раствора тетрабутиламмония гидроксида, используя в качестве растворителя 2-пропанол вместо толуола.

*Установка титра.* Титр устанавливают, как указано для 0,1 М раствора тетрабутиламмония гидроксида.

#### **0,01 М раствор тетрабутиламмония йодида**

4 г тетрабутиламмония йодида растворяют в достаточном количестве воды и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 25 мл приготовленного раствора прибавляют 50 мл 0,01 М раствора серебра нитрата, 0,5 мл 2 М раствора азотной кислоты и титруют избыток серебра нитрата 0,01 М раствором аммония тиоцианата, используя в качестве индикатора 0,5 мл 0,2 % раствора железа (III) аммония сульфата.

1 мл 0,01 М раствора серебра нитрата соответствует 3,694 мг  $C_{16}H_{36}IN$ .

#### **0,1 М раствор тетраэтиламмония гидроксида**

30 г тетраэтиламмония йодида растворяют в 200 мл метанола и встряхивают в течение 1 ч с 25 г тонко измельченного серебра оксида в стеклянном сосуде с притертой пробкой. По окончании встряхивания центрифугируют несколько миллилитров смеси и раствор испытывают на присутствие йодидов. При положительной реакции к основному раствору прибавляют еще 5 г серебра оксида и снова встряхивают 30 мин; эту процедуру повторяют до тех пор, пока жидкость не будет свободна от йодидов; смесь фильтруют через стеклянный фильтр. Реакционную колбу ополаскивают тремя порциями по 50 мл сухого бензола, бензольный раствор фильтруют через тот же фильтр и прибавляют к фильтрату. Фильтрат доводят бензолом до объема 1000,0 мл. Через полученный раствор пропускают сухой азот, свободный от углерода диоксида, в течение 5 мин.

*Установка титра.* К смеси 5 мл метанола и 20 мл ацетона прибавляют 0,05 мл 0,3 % раствора тимолового синего в метаноле и титруют приготовленным раствором тетраэтиламмония гидроксида до чистого синего окрашивания. Сразу же прибавляют 0,200 г бензойной кислоты РО, перемешивают до растворения и продолжают титрование до синего окрашивания. Титр устанавливают по объему титранта, израсходованного в повторном титровании. 1 мл 0,1 М раствора тетраэтиламмония гидроксида соответствует 12,21 мг  $C_7H_6O_2$ .

#### **1 М раствор хлористоводородной кислоты**

87,0 мл хлористоводородной кислоты концентрированной доводят водой до объема 1000,0 мл.

*Установка титра.* 1,000 г натрия карбоната безводного РО растворяют в 50 мл воды, прибавляют 0,1 мл 0,1 % раствора метилового оранжевого (раствор окрашивается в желтый цвет) и титруют приготовленным раствором хлористоводородной кислоты до красновато-желтого окрашивания. Кипятят в течение 2 мин (раствор снова приобретает желтое окрашивание), охлаждают и продолжают титрование до красновато-желтого окрашивания.

1 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 53,00 мг  $Na_2CO_3$ .

### **0,5 М раствор хлористоводородной кислоты**

43,5 мл концентрированной хлористоводородной кислоты доводят водой до объема 1000,0 мл.

*Установка титра.* 0,600 г натрия карбоната безводного РО растворяют в 100 мл воды. Далее поступают, как при установке титра 1 М раствора хлористоводородной кислоты.

1 мл 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 26,50 мг  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

### **0,1 М раствор хлористоводородной кислоты**

100,0 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты доводят водой до объема 1000,0 мл.

1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 5,30 мг  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

### **0,01 М раствор хлористоводородной кислоты**

10,0 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты доводят водой до объема 1000,0 мл.

1 мл 0,01 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 0,53 мг  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

### **0,1 М раствор хлористоводородной кислоты спиртовой**

9,0 мл хлористоводородной кислоты концентрированной доводят спиртом 96 %, свободным от альдегидов, до объема 1000,0 мл.

### **0,1 М раствор хлорной кислоты**

К 900 мл уксусной кислоты ледяной добавляют 8,5 мл 70 % или 11 мл 60 % раствора хлорной кислоты, перемешивают, добавляют 30 мл уксусного ангидрида и разбавляют уксусной кислотой ледяной до 1000,0 мл, перемешивают и оставляют на 24 ч. Содержание воды определяют методом К. Фишера без добавления метанола и, если необходимо, прибавляют воду или уксусный ангидрид до содержания воды от 0,1 до 0,2 %. Оставляют на 24 ч.

*Установка титра.* 0,350 г калия гидрофталата РО растворяют в 50 мл уксусной кислоты безводной, если необходимо, осторожно нагревая; охлаждают и титруют приготовленным раствором хлорной кислоты, используя в качестве индикатора 0,05 мл 0,5 % раствора кристаллического фиолетового, до перехода фиолетовой окраски раствора в голубовато-зеленую. 1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 20,42 мг  $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$ .

**Примечание.** Если температура, при которой проводится количественное определение, отличается от температуры, при которой был установлен титр 0,1 М раствора хлорной кислоты, то вводят температурную поправку. Объем ( $V_c$ ), необходимый для количественного определения, вычисляют по формуле:

$$V_c = V[1 + (t_1 - t_2)0,0011],$$

где  $t_1$  – температура, при которой устанавливают титр;

$t_2$  – температура, при которой проводят количественное определение;

$V$  – объем, израсходованный на титрование фактически, в миллилитрах.

### **0,05 М раствор хлорной кислоты**

50,0 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты доводят уксусной кислотой безводной до объема 100,0 мл.

### **0,1 М раствор хлорной кислоты в метаноле**

К 11 мл 60 % или 8,5 мл 70 % раствора хлорной кислоты прибавляют 500 мл метанола, очищенного от карбонилсодержащих соединений, и доводят объем раствора тем же метиловым спиртом до 1000,0 мл.

*Установка титра.* Около 0,1 г натрия салицилата (точная навеска), предварительно дважды перекристаллизованного из спирта 96 % и высушенного до постоянной массы, растворяют в 10 мл метанола, прибавляют равный объем ацетона, 2 капли 0,3 % раствора тимолового синего в метаноле и титруют приготовленным раствором хлорной кислоты до перехода окраски от желтой к розовой.

1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 16,01 мг  $C_7H_5NaO_3$ .

#### **0,1 М раствор хлорной кислоты в нитрометане**

К 11 мл 60 % или 8,5 мл 70 % раствора хлорной кислоты прибавляют 500 мл нитрометана и доводят объем раствора нитрометаном до 1000,0 мл. Установка титра. Как описано при установке титра 0,1 М раствора хлорной кислоты.

#### **0,1 М раствор уксусной кислоты**

6,0 г уксусной кислоты ледяной доводят водой до объема 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 25,0 мл приготовленного раствора уксусной кислоты прибавляют 0,5 мл 0,1 % раствора фенолфталеина и титруют 0,1 М раствором натрия гидроксида.

1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида соответствует 6,01 мг  $C_2H_4O_2$ .

#### **0,1 М раствор церия (IV) сульфата**

40,4 г церия (IV) сульфата растворяют в смеси 500 мл воды и 50 мл серной кислоты концентрированной; охлаждают и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 25,0 мл приготовленного раствора церия (IV) сульфата прибавляют 2,0 г калия йодида, 150 мл воды и тотчас титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1 % раствора крахмала.

1 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата соответствует 40,43 мг  $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ .

#### **0,05 М раствор цинка хлорида**

6,82 г цинка хлорида растворяют в воде. Если необходимо, по каплям прибавляют хлористоводородную кислоту разведенную 7,3 % до исчезновения опалесценции, и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 20,0 мл приготовленного раствора цинка хлорида прибавляют 5 мл 2 М раствора уксусной кислоты, разбавляют до 200 мл водой, добавляют 50 мг тритурации ксиленолового оранжевого и достаточное количество гексаметиленetetрамина до появления фиолетово-розового окрашивания, добавляют еще 2 г гексаметиленetetрамина и титруют 0,1 М раствором натрия эдетата до перехода окрашивания от фиолетово-розового до желтого.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 13,63 мг  $ZnCl_2$ .

#### **0,1 М раствор цинка сульфата**

29 г цинка сульфата растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000,0 мл.

*Установка титра.* К 20,0 мл приготовленного раствора цинка сульфата прибавляют 5 мл 2 М раствора уксусной кислоты, разбавляют водой до 200 мл. Далее поступают, как при установке титра 0,05 М раствора цинка хлорида.

1 мл 0,1 М раствора натрия эдетата соответствует 28,75 мг  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ .

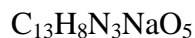
#### ПРИЛОЖЕНИЕ №4

##### Методики приготовления индикаторов (ГФ XI, вып.2, стр.)

##### Ализариновый желтый Р

ТУ 6-09-1787-77

Натриевая соль 5-(п-нитрофенил) азосалициловой кислоты



М. м. 309,21

Кристаллический порошок светло - коричневого, темно -коричневого или красно - коричневого цвета. Мало растворим в воде и 95% спирте, легко растворим при нагревании.

Переход окраски раствора от светло - желтой к красно - оранжевой в интервале рН 10,0-12,0.

Раствор индикатора. 0,1% раствор. Растворение проводят при нагревании на водяной бане.

##### Ализариновый красный С

ТУ 6-09-2105-77

Натриевой соли 1,2-дигидроксиантрахинон-3-сульфо кислоты моногидрат



М. м. 360,27

Мелкокристаллический порошок желто - оранжевого цвета. Легко растворим в воде, горячем 95% спирте; практически нерастворим в бензоле, хлороформе и эфире.

Переход окраски раствора от желтой к пурпурно - красной в интервале рН 4,6-6,0.

Раствор индикатора. 0,1% раствор.

##### Бромкрезоловый зеленый (синий)

ТУ 6-09-1415-74

3',3'',5',5''-тетрабром-м-крезолсульфоталеин



М. м. 698,0

Кристаллический порошок светло - коричневого цвета. Мало растворим в воде, растворим в 95% спирте и растворах щелочей, практически нерастворим в эфире.

Переход окраски раствора от желтой к синей в интервале рН 3,8-5,4.

Растворы индикатора.

1.0,1 г индикатора растворяют в 7,15 мл раствора натра едкого (0,02 моль/л) и доводят объем раствора свежeproкипяченной и охлажденной водой до 250 мл.

2.0,1 г индикатора растворяют в 50 мл 95% спирта и доводят объем раствора водой до 100 мл.

##### Бромкрезоловый зеленый (синий) водорастворимый

ТУ 6-09-1409-76

Аммонийная соль 3',3'',5',5''-тетрабром-м-крезолсульфоталеина



М. м. 715,0

Порошок черного цвета. Легко растворим в воде.

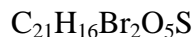
Переход окраски раствора от желтой к синей в интервале рН 3,8-5,4.

Раствор индикатора. 0,04% раствор.

### **Бромкрезоловый пурпуровый**

ТУ 6-09-1386-76

5', 5''-дибром-о-крезолсульфоталеин



М. м. 540,2

Мелкокристаллический порошок розового, сиреневого или коричневого цвета. Мало растворим в воде, растворим в 95% спирте, эфире, растворах едких щелочей, аммиака и углекислых солей щелочных металлов.

Переход окраски раствора от желтой к пурпуровой в интервале рН 5,2-6,8.

Растворы индикатора.

1.0,1 г индикатора растворяют в 50 мл 95% спирта при нагревании на водяной бане и после охлаждения доводят объем раствора водой до 100 мл.

2.0,1 г индикатора растворяют в 9,25 мл раствора натра едкого (0,02 моль/л) и доводят объем раствора свежeproкипяченной и охлажденной водой до 250 мл.

### **Бромкрезоловый пурпуровый водорастворимый**

ТУ 6-09-2425-77

Аммонийная соль 5', 5''-дибром-о-крезолсульфоталеина



М. м. 557,3

Мелкокристаллический порошок темно - красного или темно - коричневого цвета. Легко растворим в воде.

Переход окраски раствора от желтой к пурпуровой в интервале рН 5,2-6,8.

Раствор индикатора. 0,04% раствор.

### **Бромтимоловый синий**

ТУ 6-09-2086-77

3,3'-дибромтимолсульфоталеин



М. м. 624,4

Мелкокристаллический порошок розово - фиолетового цвета.

Практически нерастворим в воде, легко растворим в 95% спирте, эфире, растворах едких щелочей, аммиака и углекислых солей щелочных металлов.

Переход окраски раствора от желтой к синей в интервале рН 6,0-7,6.

Растворы индикатора.

1.0,1 г индикатора растворяют в 50 мл 95% спирта при нагревании на водяной бане и после охлаждения доводят объем раствора водой до 100 мл.

2.0,1 г индикатора растворяют в 8 мл раствора натра едкого (0,02 моль/л) и доводят объем раствора свежeproкипяченной и охлажденной водой до 250 мл.

3. 1% раствор в диметилформамиде.

### **Бромтимоловый синий водорастворимый**

ТУ 6-09-2045-77

Аммонийная соль 3,3'-дибромтимолсульфоталеина

$C_{27}H_{31}Br_2NO_5S$

М. м. 641,4

Мелкокристаллический порошок от темно - коричневого до черного цвета. Растворим в воде.

Переход окраски раствора от желтой к синей в интервале pH 6,0-7,6.

Раствор индикатора. 0,04% раствор.

### **Бромфеноловый синий**

ТУ 6-09-1058-76

3', 3'', 5'', 5'' -тетрабромфенолсульфоталеин

$C_{19}H_{10}Br_4NO_5S$

М. м. 670,0

Кристаллический порошок от розовато - коричневого до красно - коричневого цвета. Мало растворим в воде, растворим в 95% спирте и растворах щелочей.

Переход окраски раствора от желтой к синей в интервале pH 3,0-4,6.

Растворы индикатора. 1. 0,1 г индикатора растворяют в 50 мл 95% спирта при нагревании на водяной бане и после охлаждения доводят объем раствора водой до 100 мл.

2. 0,1 г индикатора растворяют в 7,5 мл раствора натра едкого (0,02 моль/л) и доводят объем раствора свежeproкипяченной и охлажденной водой до 250 мл.

### **Бромфеноловый синий водорастворимый**

ТУ-6-09-3719-83

Аммонийная соль 3',3'',5'',5''-тетрабромфенолсульфоталеина

$C_{19}H_{13}Br_4NO_5S$

М. м. 687,0

Мелкокристаллический порошок черного цвета. Легко растворим в воде.

Переход окраски раствора от желтой к синей в интервале pH 3,0-4,6.

Раствор индикатора. 0,04% раствор.

### **Метиловый желтый**

ТУ 6-09-4280-76

4-диметиламиноазобензол

$C_{14}H_{15}N_3$

М. м. 225,28

Мелкие золотисто - желтые пластинки или порошок оранжево - желтого цвета. Практически нерастворим в воде, растворим в 95% спирте, бензоле, хлороформе, эфире, разведенных минеральных кислотах.

Переход окраски раствора от красной к желтой в интервале pH 3,0-4,0.

Растворы индикатора. 1. 0,1% раствор в 95% спирте.

2. 0,1% раствор в бензоле.

### **Дифенилкарбазон**

ТУ 6-09-5215-85

C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>N<sub>4</sub>O

М. м. 240,27

Кристаллический порошок от желто - оранжевого до оранжевого цвета. Практически нерастворим в воде, растворим в 95% спирте при нагревании, хлороформе и бензоле.

Раствор индикатора. 1% раствор в 95% спирте. Растворение проводят при нагревании на водяной бане. Хранят во флаконах оранжевого стекла.

Срок годности раствора 15 суток.

### **Индигокармин ТУ 6-09-714-71**

ТУ 6-09-07-545-85

Динатриевая (или дикалиевая) соль индиго-5,5'-дисульфокислоты

C<sub>16</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>

М. м. 466,4

C<sub>16</sub>H<sub>8</sub>K<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>

М. м. 498,6

Темно - синий порошок. Мало растворим (динатриевая соль) или растворим (дикалиевая соль) в воде, практически нерастворим в органических растворителях. Растворы индигокармина синего цвета, под влиянием восстановителей обесцвечиваются.

Переход окраски раствора от синей к желтой в интервале pH 11,6-14,0.

Растворы индикатора. 1. 0,1% раствор.

2. 0,25% раствор. Растворение проводят в горячей воде.

Как окислительно - восстановительный индикатор применяют 0,25% раствор.

### **Калия хромат**

#### **Калий хромовокислый**

ГОСТ 4459-75

K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>

М. м. 194,20

Мелкие кристаллы желтого цвета. Растворим в воде. Токсичен.

Раствор индикатора. 5% раствор.

### **Кальконкарбоновая кислота**

ТУ-6-09-07-501-77

3-гидрокси-4-(2-гидрокси-4-сульфо-1 - нафтилазо)-2-нафтойная кислота

C<sub>21</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>7</sub>S

М. м. 438,4

Черный с фиолетовым оттенком кристаллический порошок. Практически нерастворим в воде, мало растворим в 95% спирте, растворим в 50% спирте и 50% ацетоне, легко растворим в растворах едких щелочей.

При pH > 12,0 имеет голубую окраску, а его комплексы с ионом кальция в тех же условиях - красновато - сиреневую. Переход окраски при прямом титровании от красновато - сиреневой к голубой.

Индикаторная смесь. 0,25 г индикатора и 25 г натрия хлорида растирают в ступке и перемешивают.

Раствор индикатора. 0,025 г индикатора растворяют в 100 мл 50% спирта или ацетона. Срок годности раствора 2 мес.

### **Кальций**

ТУ 6-09-05-161-83

Пентанатриевой соли 1,1',1'',8''-тетраокси-(8,2',8',2''-бис-азотринафталин) 3,6,3',6',3'',6''-гексасульфокислоты моногидрат

$C_{30}H_{15}N_4Na_5O_{22}S_6 \times H_2O$

М. м. 1108,8

Черный с фиолетовым оттенком порошок. Растворим в воде, практически нерастворим в ацетоне, бензоле, 95% спирте. В интервале pH 11,0-13,0 имеет синюю окраску, а его комплексы с ионом кальция в тех же условиях розового цвета.

Переход окраски раствора при прямом титровании от розовой к синей.

Раствор индикатора. 0,1% раствор.

Срок годности раствора 1 мес.

### **Квасцы железоаммониевые**

ГОСТ 4205-77

$FeNH_4(SO_4)_2 \times 12H_2O$

М. м. 482,2

Бледно - лиловые прозрачные кристаллы, на воздухе выветриваются. Легко растворимы в воде, практически нерастворимы в 95% спирте. Водный раствор имеет кислую реакцию и с растворами роданидов дает темно - красное окрашивание.

Раствор индикатора. 30 г квасцов железоаммониевых растворяют в 100 мл воды, к раствору прибавляют разведенной азотной кислоты до перехода коричневой окраски в желтовато - зеленую.

### **Кислотный хром черный специальный**

#### **Эриохром черный Т**

ТУ 6-09-1760-72

Натриевая соль 1-[(1-гидрокси-2-нафтил)азо] -6-нитро-2-нафтол-4-сульфокислоты

$C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$

М. м. 461,4

Порошок черного или коричневого цвета. Растворим в 95% спирте, мало растворим в воде. Токсичен.

В интервале pH 9,5-10,0 имеет синюю окраску, а его комплексы с ионами кальция, магния и цинка в тех же условиях красно - фиолетового цвета.

Переход окраски при прямом титровании от красно - фиолетовой к синей.

Индикаторная смесь. 0,25 г индикатора и 25 г натрия хлорида растирают в ступке и перемешивают.

Раствор индикатора. 0,2% раствор в 95% спирте.

### **Конго красный**

ТУ 6-09-07-634-76

Динатриевая соль дифенил -4,4'-бис-2-азо-1-нафтиламин сульфокислоты

$C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$

М. м. 696,7

Кристаллический порошок от красного до красно - коричневого цвета. Мало растворим в воде, растворах щелочей и 95% спирте, легко растворим в горячей воде, практически нерастворим в органических растворителях.

Переход окраски раствора от сине - фиолетовой к красной в интервале pH 3,0-5,2.



Раствор индикатора. 0,1 г индикатора растворяют в 20 мл 95% спирта и доводят объем раствора водой до 100 мл.

### **Крахмал растворимый**

ГОСТ 10163-76

(C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>)<sub>n</sub>

М. м. (162,14)<sub>n</sub>

Порошок белого или слегка кремоватого цвета. Практически нерастворим в 95% спирте, растворим в кипящей воде с образованием прозрачного или слегка опалесцирующего раствора, не застывающего при охлаждении.

Раствор индикатора. 1 г крахмала растворимого смешивают с 5 мл воды до получения однородной кашицы и смесь медленно вливают при постоянном размешивании в 100 мл кипящей воды. Кипятят в течение 2 мин до получения слегка опалесцирующей жидкости.

Срок годности раствора 3 сут.

Примечание. При приготовлении раствора индикатора из картофельного крахмала клейстер, полученный указанным выше образом, дополнительно нагревают в автоклаве при 120 град. С в течение 1 ч.

*Раствор крахмала с калия йодидом.* Растворяют 0,5 г калия йодида в 100 мл свежеприготовленного раствора крахмала. Срок годности раствора 1 сут.

*Йодкрахмальная бумага.* Обеззоленные бумажные фильтры пропитывают раствором крахмала с калия йодидом и сушат в темном помещении на воздухе, не содержащем паров кислот. Бумагу разрезают на полоски длиной около 50 мм и шириной около 6 мм. Полоска йодкрахмальной бумаги не должна тотчас синеть при смачивании ее 1 каплей раствора хлористоводородной кислоты (0,1 моль/л).

Йодкрахмальную бумагу хранят в банках оранжевого стекла с притертой пробкой в защищенном от света месте.

### **Крезоловый красный**

ТУ 6-09-5207-85

О-крезолсульфоталеин

C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>O<sub>5</sub>S

М. м. 382,44

Порошок темно - красного или коричнево - красного цвета с зеленым блеском. Умеренно растворим в воде, легко растворим в 95% спирте, растворах едких щелочей и углекислых солей щелочных металлов.

Переход окраски раствора от красной к желтой в интервале рН 0,2-1,8 и от желтой к пурпурно - красной в интервале рН 7,2-8,8.

Растворы индикатора. 1. 0,1 г индикатора растворяют в 13,1 мл раствора натра едкого (0,02 моль/л) и доводят объем раствора свежeproкипяченной и охлажденной водой до 250 мл.

2. 0,1 г индикатора растворяют в 50 мл 95% спирта и доводят объем раствора водой до 100 мл.

### **Крезоловый красный водорастворимый**

ТУ 6-09-796-76

Аммонийная соль о-крезолсульфоталеина

C21H21NO5S

М. м. 399,46

Порошок красно - коричневого цвета. Растворим в воде.

Переход окраски раствора от красной к желтой в интервале рН 0,2-1,8 и от желтой к пурпурно - красной в интервале рН 7,2-8,8.

Раствор индикатора. 0,04% раствор.

### **Крезоловый пурпуровый**

ТУ 6-09-1585-77

М-крезолсульфоталеин

C21H18O5S

М. м. 382,43

Кристаллический порошок от красно - коричневого до зеленого цвета. Мало растворим в воде, растворим в 95% спирте, уксусной кислоте, растворах едких щелочей, аммиака и углекислых солей щелочных металлов.

Переход окраски раствора от розово - красной к желтой в интервале рН 1,2-2,8 и от желтой к фиолетовой в интервале рН 7,4-9,0.

Растворы индикатора. 1. 0,1 г индикатора растворяют в 50 мл 95% спирта и доводят объем раствора водой до 100 мл.

2. 0,1 г индикатора растворяют в 13,1 мл раствора натра едкого (0,02 моль/л) и доводят объем раствора свежепрокипяченной и охлажденной водой до 250 мл.

### **Крезоловый пурпуровый водорастворимый**

ТУ 6-09-07-25-76

Аммонийная соль м-крезолсульфоталеина

C21H21NO5S

М. м. 399,46

Мелкокристаллический порошок красно - коричневого или коричневого цвета.

Переход окраски раствора от розово - красной к желтой в интервале рН 1,2-2,8, от желтой к фиолетовой в интервале рН 7,4-9,0.

Раствор индикатора. 0,04% раствор.

### **Кристаллический фиолетовый**

ТУ 6-09-4119-75

N,n,n',n'',n''-гексаметил-п-роЗанилина хлорид

C25H30ClN3

М. м. 408,0

Темно - зеленый с металлическим блеском кристаллический порошок. Легко растворим в воде и 95% спирте, растворим в хлороформе, ледяной уксусной кислоте.

Переход окраски при неводном титровании от фиолетовой (щелочная) через синю - зеленую (нейтральная) к зеленовато - желтой (кислая).

Раствор индикатора. 0,1% раствор в ледяной уксусной кислоте.

### **Ксиленоловый оранжевый**

ТУ 6-09-1509-78

Тетранатриевая соль 3,3'-бис-[п,п-ди- (карбоксиметил) - аминометил]-о-крезолсульфоталеина

$C_{31}H_{28}N_2Na_4O_{13}S$

М. м. 760,6

Красно - коричневый блестящий кристаллический порошок. Легко растворим в воде, практически нерастворим в 95% спирте и эфире.

В интервале pH 5,0-6,0 ксиленоловый оранжевый окрашен в лимонно - желтый цвет, а его комплекс с ионом висмута в тех же условиях красного цвета. В щелочных растворах индикатор имеет фиолетово - красную окраску.

Переход окраски при прямом комплексонометрическом титровании от красной в лимонно - желтую.

Раствор индикатора. 0,1% раствор.

Срок годности раствора 14 сут.

Индикаторная смесь. 0,25 г индикатора и 25 г натрия хлорида растирают в ступке и перемешивают.

### **Лакмюид**

Резорциновый синий

ТУ 6-09-4313-76

Аммонийная соль 7-гидрокси-3-н-феноксазин-3-она

$C_{12}H_9NO_3$

М. м. 215,21

Порошок черного цвета. Растворим в воде, 95% спирте, ацетоне, ледяной уксусной кислоте.

Переход окраски раствора от красной к синей в интервале pH 4,4-6,2.

Раствор индикатора. 0,2% раствор в 95% спирте. Растворение проводят при нагревании на водяной бане.

### **Магнезон ХС**

ТУ 6-09-05-283-79

Натриевой соли 2-гидрокси-3-[(2-гидрокси-1 -нафтил) азо]-5-хлорбензолсульфокислоты моногидрат

$C_{16}H_{10}ClN_2NaO_5S \cdot H_2O$

М. м. 418,8

Порошок красно - коричневого цвета. Мало растворим в воде, 95% спирте и ацетоне, практически нерастворим в хлороформе и эфире. В интервале pH 9,8-11,2 имеет синюю - фиолетовую окраску, а его комплекс с ионом магния в тех же условиях ярко - красного цвета.

Переход окраски при прямом титровании иона магния от ярко - красной к синюю - фиолетовой.

Раствор индикатора. 0,01% раствор в ацетоне.

Срок годности раствора 2 мес.

### **Малахитовый зеленый**

ТУ 6-09-1557-77

Тетраметилдиаминотрифенилкарбинола ангидрооксалат

C52H54N4O12

М. м. 927,0

Тетраметилдиаминотрифенилкарбинола гидрохлорид

C23H25CLN2

М. м. 364,92

Блестящие темно - зеленые кристаллы или зеленый кристаллический порошок. Растворим в воде и 95% спирте.

Переход окраски раствора от желтой к зеленовато - голубой в интервале pH 0,1-2,0 и от зеленовато - голубой к бесцветной в интервале pH 11,4-13,0.

Растворы индикатора. 1. 0,1 г индикатора растворяют в 20 мл 95% спирта и доводят объем раствора водой до 100 мл.

2. 0,5% раствор в ледяной уксусной кислоте.

### **Метиленовый голубой (синий)**

ТУ 6-09-29-76

N,n,n',n'-тетраметилтиоина хлорида тригидрат

C16H18ClN3S x 3H2O

М. м. 373,89

Темно - зеленые с блеском кристаллы или мелкий порошок. Умеренно растворим в воде, мало растворим в 95% спирте.

Применяется для приготовления смешанных индикаторов.

Растворы индикатора. 1. 0,15% раствор.

2. 0,1% раствор в 95% спирте.

### **Метиловый красный**

ТУ 6-09-5169-84

4'-диметиламиноазобензол-2-карбоновая кислота

C15H15N3O2

М. м. 269,30

Блестящие фиолетовые кристаллы или порошок красно - бурого или фиолетового цвета. Мало растворим в воде, умеренно растворим в 95% спирте; легко растворим в 95% спирте при нагревании, растворим в растворах едких щелочей и углекислых солей щелочных металлов.

Переход окраски раствора от красной к желтой в интервале pH 4,2-6,2.

Растворы индикатора. 1. 0,1% раствор в 95% спирте. Растворение проводят при нагревании на водяной бане.

2. 0,1 г индикатора растворяют в 18,6 мл раствора натра едкого (0,02 моль/л) и доводят объем раствора свежeproкипяченной и охлажденной водой до 250 мл.

### **Метиловый оранжевый**

Оранжевый III

ТУ 6-09-5171-84

Натриевая соль п-диметиламиноазобензолсульфокислоты

C14H14N3NaO3S

М. м. 327,33

Кристаллический порошок оранжевого цвета. Умеренно растворим в воде, легко растворим в горячей воде, практически нерастворим в органических растворителях.

Переход окраски раствора от красной к желтой в интервале pH 3,0-4,4.

Растворы индикатора. 1. 0,1% раствор. Растворение проводят в горячей воде.

2. К 0,025 г индикатора прибавляют 100 мл ацетона и время от времени встряхивают, через 1 ч фильтруют.

### **Метилловый фиолетовый**

ТУ 6-09-945-86

Смесь гидрохлоридов тетра-, пента и гексаметил-п-розаляина

$C_{24}H_{28}ClN_3$

М. м. 393,94

Кристаллический порошок с неоднородной (по размеру) формой частиц зеленого цвета с металлическим блеском. Растворим в воде, кислотах и растворах щелочей.

Переход окраски раствора от желтой к зеленой в интервале рН 0,1-1,5 и от зеленой к фиолетовой в интервале рН 1,5-3,2.

Растворы индикатора. 1. 0,1% раствор.

2. 0,1% раствор в ледяной уксусной кислоте. Раствор применяют свежеприготовленным.

### **Мурексид**

Аммоний пурпуровокислый

ТУ 6-09-1657-72

Аммонийной соли 5,5'-нитрилодибарбитуровой кислоты моногидрат

$C_8H_8N_6O_6 \times H_2O$

М. м. 302,20

Мелкокристаллический порошок пурпурно - красного или красно - коричневого цвета с характерным зеленоватым металлическим блеском. Мало растворим в воде. При рН > 11,0 раствор мурексида имеет фиолетовую окраску, а его комплекс с ионом кальция в тех же условиях оранжевого цвета.

Переход окраски при прямом титровании ионов кальция от оранжевой к фиолетовой.

Индикаторная смесь. 0,25 г индикатора и 25 г натрия хлорида растирают в ступке и перемешивают.

### **альфа - Нафтолфталейн**

ТУ 6-09-4650-78

3,3'-бис(4-гидрокси-1-нафтил)фталид

$C_{28}H_{18}O_4$

М. м. 418,4

Мелкокристаллический порошок от зеленовато - серого до коричневого цвета. Практически нерастворим в воде, легко растворим в 95% спирте, эфире и ледяной уксусной кислоте, мало растворим в бензоле.

Переход окраски раствора от желтовато - розовой к зеленовато - синей в интервале рН 7,4-8,6.

Раствор индикатора. 0,1 г индикатора растворяют в 50 мл 95% спирта и доводят объем раствора водой до 100 мл.

### **Нейтральный красный**

Толуиленовый красный

ТУ 6-09-4120-75

3-амино-7-диметиламино-2-метилфеназина гидрохлорид

$C_{15}H_{16}N_4 \times HCl$

М. м. 288,78

Кристаллы или порошок черного или черно - зеленого цвета. Легко растворим в воде, растворим в 95% спирте.

Переход окраски раствора от красной к желтой в интервале pH 6,8-8,0.

Растворы индикатора. 1. 0,1% или 0,5% (для нитритометрического титрования) раствор.

2. 0,1% раствор в ледяной уксусной кислоте.

### **Пирокатехиновый фиолетовый**

Пирокатехинсульфоталеин

ТУ 6-09-07-1087-78

3,3',4'-тригидроксифуксон-2"-сульфо кислота

C<sub>19</sub>H<sub>14</sub>O<sub>7</sub>S

М. м. 386,37

Порошок красно - коричневого или зелено - коричневого цвета.

Легко растворим в воде и 95% спирте, растворим в ледяной уксусной кислоте, практически нерастворим в эфире, ацетоне, бензоле.

В интервале pH 2,0-3,0 индикатор имеет желтую окраску, его комплексы с ионом висмута в тех же условиях синего цвета. Переход окраски при прямом титровании иона висмута от синей к желтой.

В щелочной среде индикатор имеет красно - фиолетовую окраску, его комплексы с ионами магния и цинка в тех же условиях зеленовато - синего цвета.

Переход окраски при прямом титровании ионов магния и цинка от зеленовато - синей к красно - фиолетовой.

Раствор индикатора. 0,1% раствор.

Срок годности раствора 1 мес.

Индикаторная смесь. 0,25 г индикатора и 25 г натрия хлорида растирают в ступке и перемешивают.

### **Смешанный индикатор**

ГОСТ 4919.1-77

Смесь метилового красного и метиленового синего в соотношении 2:1.

Раствор индикатора. 100 мл 0,1% спиртового раствора метилового красного смешивают с 50 мл 0,1% спиртового раствора метиленового синего (голубого).

Переход окраски раствора от фиолетово - красной к зеленой при pH 5,4.

### **Сульфарсазен**

Плюмбон

ТУ 6-09-4681-83

Мононатриевая соль (2-арсоно-4-нитрофенил) -1,4'-диаминазобензол-4"-сульфо кислоты

C<sub>18</sub>H<sub>14</sub>AsN<sub>6</sub>NaO<sub>8</sub>S

М. м. 572,3

Кирпично - красный порошок. Растворим в воде, легко растворим в растворе тетрабората натрия, мало растворим в 95% спирте, практически нерастворим в ацетоне, хлороформе, бензоле.

В боратном буферном растворе (pH около 9,2) индикатор имеет желтую окраску; его комплексы с ионом свинца в тех же условиях розового цвета.

Раствор индикатора. 0,05% раствор в 2% растворе натрия тетрабората ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}$ ).

Срок годности раствора 1 мес.

#### **Тимоловый синий**

Тимолсульфоталеин

ТУ 6-09-3501-78

2,2'-диметил-5,5'-ди-изопропилфенолсульфоталеина гемигидрат

$\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_5\text{S} \times 1/2\text{H}_2\text{O}$

М. м. 475,6

Коричневые кристаллы с зеленоватым или фиолетовым блеском или кристаллический порошок коричневого или красновато - коричневого цвета. Умеренно растворим в воде, ацетоне, бензоле, хлороформе, растворим в метиловом и 95% этиловом спиртах и ледяной уксусной кислоте, легко растворим в растворах едких щелочей и углекислых солей щелочных металлов.

Переход окраски раствора от красной к желтой в интервале pH 1,2-2,8 и от желтой к синей в интервале pH 8,0-9,6.

Растворы индикатора. 1. 0,1 г индикатора растворяют в 10,75 мл раствора натра едкого (0,02 моль/л) и доводят объем раствора свежeproкипяченной и охлажденной водой до 250 мл.

2. 0,1 г индикатора растворяют в 50 мл 95% спирта при нагревании на водяной бане и после охлаждения доводят объем раствора водой до 100 мл.

3. 0,3% раствор в метиловом спирте.

4. 1% раствор в диметилформамиде.

#### **Тимоловый синий водорастворимый**

ТУ 6-09-4922-80

Аммонийная соль 2,2'-диметил-5,5'-ди-изопропилфенолсульфоталеина

$\text{C}_{27}\text{H}_{33}\text{NO}_5\text{S}$

М. м. 483,6

Мелкокристаллический порошок красновато - коричневого цвета с металлическим блеском. Растворим в воде.

Переход окраски раствора от красной к желтой в интервале pH 1,2-2,8 и от желтой к синей в интервале pH 8,0-9,6.

Раствор индикатора. 0,04% раствор.

#### **Тимолфталеин**

ТУ 6-09-1887-77

2,2'-диметил-5,5'-ди-изопропилфенолфталеин

$\text{C}_{28}\text{H}_{30}\text{O}_4$

М. м. 430,5

Мелкокристаллический белый порошок. Практически нерастворим в воде, растворим в 95% спирте, ацетоне, хлороформе, растворах щелочей.

Переход окраски раствора от бесцветной к синей в интервале pH 9,4-10,6.

Раствор индикатора. 0,1% раствор в 95% спирте.

Бумага тимолфталеиновая. Обеззоленные бумажные фильтры пропитывают раствором индикатора и сушат на воздухе в темном месте, не содержащем паров кислот и аммиака. Бумагу разрезают на полоски длиной около 50 мм и шириной около 6 мм.

Хранят в банках с притертой пробкой в защищенном от света месте.

### **Тропеолин 00**

Оранжевый IV

ТУ 6-09-4121-75

Калиевая (или натриевая) соль 4-[(4-анилинофенил)азо] бензолсульфокислоты

C<sub>18</sub>H<sub>14</sub>KN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S

М. м. 391,47

C<sub>18</sub>H<sub>14</sub>N<sub>3</sub>NaO<sub>3</sub>S

М. м. 375,38

Оранжево - желтый порошок или золотисто - желтые игольчатые кристаллы. Растворим в горячей воде и 95% спирте.

Переход окраски раствора от красной к желтой в интервале pH 1,4-3,2.

Растворы индикатора. 1. 0,1% раствор. Растворение проводят при нагревании на водяной бане.

2. К 0,2 г индикатора прибавляют 100 мл метилового спирта и время от времени встряхивают, через 1 ч фильтруют.

### **Универсальный индикатор**

ТУ 6-09-3412-83

Состав: 0,006 г бромкрезолового пурпурового, 0,01 г бромкрезолового зеленого, 0,02 г метилового оранжевого, 0,04 г тропеолина 00, 0,04 г фенолфталеина, 0,05 г тимолового синего, 0,1 г бромтимолового синего.

Растворим в 95% спирте. Предназначен для колориметрического определения концентрации водородных ионов.

Индикатор изменяет окраску в интервале pH 1,0-10,0.

pH	Окраска	pH	Окраска
1,0	красно - фиолетовая	6,0	зеленовато - желтая
2,0	розово - оранжевая	7,0	желто - зеленая
3,0	оранжевая	8,0	зеленая
4,0	желто - оранжевая	9,0	сине - зеленая
5,0	желтая	10,0	серовато - синяя

Раствор индикатора. Содержимое пробирки растворяют в 100 мл 80% спирта при нагревании на водяной бане.



### **1,10-Фенантролина сульфат**

ТУ 6-09-05-90-86

$C_{12}H_8N_2 \times H_2SO_4$

М. м. 278,28

Порошок белого цвета с желтоватым оттенком. Растворим в воде, практически нерастворим в 95% спирте.

В качестве окислительно - восстановительного индикатора используется комплекс о - фенантролина сульфата с железом (2+)  $Fe(C_{12}H_8N_2)_3SO_4$  - "Ферроин".

Раствор индикатора. 0,7 г железа закисного сульфата ( $FeSO_4 \times 7H_2O$ ) растворяют в 100 мл воды, прибавляют 2,2 г о-фенантролина сульфата и перемешивают до растворения.

Раствор готовят перед употреблением. Окраска окисленной формы бледно - голубая, восстановительной формы - красная.

### **Феноловый красный**

ТУ 6-09-07-1451-85

Фенолсульфоталеин

$C_{19}H_{14}O_5S$

М. м. 354,38

Мелкодисперсный порошок темно - красного цвета. Умеренно растворим в воде, растворим в 95% спирте и ацетоне, легко растворим в растворах едких щелочей и углекислых солей щелочных металлов, практически нерастворим в хлороформе и эфире.

Переход окраски раствора от желтой к красной в интервале pH 6,8-8,4.

Растворы индикатора. 1. 0,1 г индикатора растворяют в 14,2 мл раствора натра едкого (0,02 моль/л) и доводят объем раствора свежeproкипяченной и охлажденной водой до 250 мл.

2. 0,1 г индикатора растворяют в 50 мл 95% спирта при нагревании на водяной бане и после охлаждения доводят объем раствора водой до 100 мл.

### **Феноловый красный водорастворимый**

ТУ 6-09-3070-84

Аммонийная соль фенолсульфоталеина

$C_{19}H_{17}NO_5S$

М. м. 371,41

Порошок красно - коричневого или черного цвета. Растворим в воде.

Переход окраски раствора от желтой к красной в интервале pH 6,8-8,4.

Раствор индикатора. 0,04% раствор.

### **Фенолфталеин**

ГОСТ 5850-72

3,3'-БИС(4-ГИДРОКСИФЕНИЛ)ФТАЛИД

$C_{20}H_{14}O_4$

М. м. 318,33

Белый или белый со слегка желтоватым оттенком мелкокристаллический порошок. Растворим в 95% спирте, практически нерастворим в воде.

Переход окраски раствора от бесцветной к ярко - розовой в интервале pH 8,2-10,0.

Раствор индикатора. 1% раствор в 95% спирте.

### **Хромовый темно - синий**

Кислотный хромовый темно - синий

ТУ 6-09-3870-84

Динатриевая соль 2-(2-гидрокси-5-хлорфенил)азо -1,8-дигидроксинафталин-3,6-дисульфокислоты

$C_{16}H_9ClN_2Na_2O_9S_2$

М. м. 518,8

Порошок темно - коричневого или черного цвета. Легко растворим в воде. 0,05% раствор - вишнево - красного цвета. В интервале pH 9,5-10,0 имеет сине - фиолетовую окраску, его комплексы с ионами кальция, магния и цинка в тех же условиях красного цвета.

Переход окраски при прямом титровании от красной к сине - фиолетовой.

Индикаторная смесь. 0,25 г индикатора и 25 г натрия хлорида растирают в ступке и перемешивают.

Раствор индикатора. 0,5 г индикатора растворяют в 10 мл аммиачного буферного раствора (pH от 9,5 до 10,0) и доводят объем раствора 95% спиртом до 100 мл.

Срок годности раствора 1 мес.

### **Эозин Н**

Эозин натрий водорастворимый

ТУ 6-09-183-75

Смесь динатриевых солей тетрабромфлюоресцеина и дибромфлюоресцеина

$C_{20}H_6Br_4Na_2O_5$

М. м. 691,9

$C_{20}H_8Br_2Na_2O_5$

М. м. 534,1

Порошок красного или красно - коричневого цвета. Легко растворим в воде.

Растворы индикатора. 1. 0,1% раствор.

2. 0,5% раствор.

### **Индикаторная бумага**

Индикаторная бумага предназначена для определения pH водных растворов и суспензий с точностью показаний 1,0-2,0 единицы pH.

Применение индикаторной бумаги "РИФАН" с интервалом pH 0,3-0,4 повышает точность определения до 0,1 единицы pH. Индикаторную бумагу изготавливают из бумаги для хроматографии и электрофореза марки "С" 85 г/кв. м путем пропитывания раствором индикатора.

Индикаторную бумагу хранят в сухом, свободном от паров аммиака и кислот помещении, в защищенном от света месте.

Определение значений pH при помощи индикаторной бумаги проводят при комнатной температуре в растворах, не содержащих сильных окисляющих веществ, органических растворителей и большого количества солей.

При определении pH полоску индикаторной бумаги погружают на 1-2 с в испытуемую жидкость так, чтобы она была равномерно смочена. Быстро вынув полоску бумаги, немедленно сравнивают ее окраску с цветовой стандартной шкалой (универсальная бумага). При применении бумаги "РИФАН" окраску средней полоски на индикаторной бумаге (без цифр) сравнивают с цветовой шкалой, которая помещена на той же бумаге и имеет цифро-

вые обозначения pH. Тождественность окраски полоски на бумаге "РИФАН" с цветовой шкалой указывает величину pH испытуемого раствора.

**Бумага универсальная для определения в интервалах pH 1-10 и 7-14 ту 6-09-1181-76**

Бумага для определения pH в интервале 1-10 должна быть равномерно окрашена в желтый цвет, а для определения pH в интервале 7-14 - в серо - зеленый цвет.

Интервалы pH перехода окраски бумаги:

pH 1-10-1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0;

pH 7-14-7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,0; 13,0; 14,0

Срок годности 5 лет.

**Бумага "рифан"**

ТУ 6-09-3410-83

Интервал pH перехода окраски	Величины pH стандартной сравнительной шкалы, определяемые в интервалах pH
0,3-2,2	0,3; 1,0; 1,4; 1,8; 2,2
1,8-3,6	1,8; 2,1; 2,4; 2,8; 3,2; 3,6
4,0-5,4	4,0; 4,4; 4,7; 5,0; 5,4
5,8-7,4	5,8; 6,2; 6,6; 7,0; 7,4
7,4-8,8	7,4; 7,8; 8,1; 8,4; 8,8
7,8-9,0	7,8; 8,1; 8,4; 8,7; 9,0
8,7-10,0	8,7; 9,0; 9,3; 9,6; 10,0
10,0-11,6	10,0; 10,4; 10,8; 11,2; 11,6
1,0-11,0	1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0
11,5-13,2	11,5; 12,0; 12,4; 12,8; 13,2
12,4-13,6	12,4; 12,7; 13,0; 13,6

Срок годности 2 года.

**Бумага конго**

ТУ 6-09-3104-79

Бумага должна быть равномерно окрашена в красный цвет.

Переход окраски бумаги от сине - фиолетовой к красной в интервале pH 3,0-5,2.

Срок годности 5 лет.

### **Бумага куркумовая**

ТУ 6-09-3411-79

Бумага должна быть равномерно окрашена в ярко - желтый цвет.

Переход окраски бумаги от желтой к буро - красной в интервале рН 7,4-9,2 и от буро - красной к оранжево - желтой в интервале рН 10,2-11,8.

Срок годности 2 года.

### **Бумага лакмоидная синяя**

ТУ 6-09-3406-78

Бумага должна быть равномерно окрашена в серо - голубой цвет.

Переход окраски бумаги от бледно - фиолетовой к серо - голубой в интервале рН 4,0-6,4.

Срок годности 2 года.

### **Бумага лакмусовая красная**

ТУ 6-09-3403-78

Бумага должна быть равномерно окрашена в бледно - розовый цвет. Окраска бумаги при значении рН 8,0 должна быть бледно - синей.

Срок годности 2 года.

### **Бумага лакмусовая нейтральная**

ТУ 6-09-3405-78

Бумага должна быть равномерно окрашена в бледно - фиолетовый цвет.

Переход окраски бумаги от бледно - розовой к бледно - синей в интервале рН 5,0-8,0.

Срок годности 2 года.

### **Бумага лакмусовая синяя**

ТУ 6-09-3404-78

Бумага должна быть равномерно окрашена в бледно - синий цвет.

Окраска бумаги при значении рН 5,0 должна быть бледно - розовой.

Срок годности 2 года.

### **Бумага фенолфталеиновая**

ТУ 6-09-3407-78

Бумага должна быть белого цвета.

Переход окраски бумаги от белой к ярко - розовой в интервале рН 8,2-10,0.

Срок годности 2 года.

### **Бумага йодкрахмальная**

ТУ 6-09-3409-78

Бумага предназначена для качественного определения активных окислителей. Пропитана растворами калия йодида и крахмала.

Бумага должна быть белого цвета, не темнеть при нанесении 1 капли раствора хлорноводородной кислоты (1 моль/л).

Чувствительность к нитрит - иону не более 0,15 мл раствора натрия нитрита (0,1 моль/л) в растворе, содержащем 250 мл воды и 10 мл концентрированной хлористоводородной кислоты.

Срок годности 2 года.

Интервалы рН и изменения цвета индикаторов приведены в табл.

3.

Таблица 3

Интервалы рН и изменения цвета индикаторов

Название	Интервал рН	Изменение цвета
	перехода цвета	
Метиловый фиолетовый	0,1 - 1,5	Желтый - зеленый
Малахитовый зеленый	0,1 - 2,0	Желтый - зеленовато-голубой
Крезоловый красный	0,2 - 1,8	Красный - желтый
Крезоловый пурпуровый	1,2 - 2,8	Розово - красный - желтый
Тимоловый синий	1,2 - 2,8	Красный - желтый
Тропеолин 00	1,4 - 3,2	Красный - желтый
Метиловый фиолетовый	1,5 - 3,2	Зеленый - фиолетовый
Диметиловый желтый	3,0 - 4,0	Красный - желтый
Метиловый оранжевый	3,0 - 4,4	Красный - желтый
Бромфеноловый синий	3,0 - 4,6	Желтый - синий
Конго красный	3,0 - 5,2	Сине - фиолетовый - красный
Бромкрезоловый зеленый (синий)	3,8 - 5,4	Желтый - синий
Ализариновый красный С	4,6 - 6,0	Желтый - пурпурно - красный
Метиловый красный	4,2 - 6,2	Красный - желтый
Лакмоид	4,4 - 6,2	Красный - синий
Бромкрезоловый пурпуровый	5,2 - 6,8	Желтый - пурпуровый
Бромтимоловый синий	6,0 - 7,6	Желтый - синий

Нейтральный красный		6,8 - 8,0	Красный - желтый	
Феноловый красный		6,8 - 8,4	Желтый - красный	
Крезоловый красный		7,2 - 8,8	Желтый - пурпурно -	
			красный	
альфа - Нафтолфталеин		7,4 - 8,6	Желтовато - розовый -	
			зеленовато - синий	
Крезоловый пурпуровый		7,4 - 9,0	Желтый - фиолетовый	
Тимоловый синий		8,0 - 9,6	Желтый - синий	
Фенолфталеин		8,2 - 10,0	Бесцветный - ярко -	
			розовый	
Тимолфталеин		9,4 - 10,6	Бесцветный - синий	
Ализариновый желтый Р		10,0 - 12,0	Светло - желтый -	
			красно - оранжевый	
Малахитовый зеленый		11,4 - 13,0	Зеленовато-голубой -	
			бесцветный	
Индигокармин		11,6 - 14,0	Синий - желтый	

-----

Методические указания и рекомендации по приготовлению титрованных растворов (для практических занятий у студентов 3, 4 и 5 курсов)

Составители:

Александр Юрьевич Петров

Ольга Александровна Мельникова

Михаил Юрьевич Мельников

Михаил Юрьевич Кинев

Ольга Владиславовна Киршина

Издание рекомендовано к печати решением Ученого совета фармацевтического факультета, протокол №\_\_\_ от «\_\_\_» апреля 2014 г. и решением МКС специальности Фармация протокол №\_\_\_ от «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2014 г.

Редактор В.В. Кривонищенко

Подписано в печать

Формат

Тираж